



中华人民共和国国家标准

GB/T 223.6—94

钢铁及合金化学分析方法 中和滴定法测定硼量

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy
The neutralization titrimetric method for
the determination of boron content

1994-09-26 发布

1995-06-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

钢铁及合金化学分析方法 中和滴定法测定硼量

GB/T 223.6—94

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy

代替 GB 223.6—81

The neutralization titrimetric method for
the determination of boron content

1 主题内容与适用范围

本标准规定了中和滴定法测定硼量。

本标准适用于高硼不锈钢中硼量的测定。测定范围:0.50%~2.00%。

2 方法提要

用盐酸溶解试样,过氧化氢氧化,强碱分离铁、铬、镍等元素。用对-硝基酚为指示剂,调节溶液至酸性,煮沸,以除去二氧化碳,重新调节溶液的酸度为pH7。在甘露醇存在下,以酚酞为指示剂,用氢氧化钠标准溶液滴定。

1 g 试样中含钨量大于 15 mg,含钼量大于 15 mg 均干扰测定。

3 试剂

3.1 甘露醇。

3.2 盐酸(1+1)。

3.3 盐酸(1+10)。

3.4 过氧化氢溶液(1+1)。贮于塑料瓶中。

3.5 氢氧化钠溶液(20%)。贮于塑料瓶中。

3.6 氢氧化钠溶液(0.4%)。贮于塑料瓶中。

3.7 氯化钡溶液(10%)。

3.8 中性水:将蒸馏水煮沸除去二氧化碳后流水冷却,用时制备。

3.9 对-硝基酚溶液(1%):乙醇(4+1)配制。

3.10 酚酞溶液(0.5%):称取 0.25 g 酚酞溶于 30 mL 乙醇中,用水稀释至 50 mL。

3.11 氢氧化钠标准溶液[$c(\text{NaOH})$ 约 0.1 mol/L]。

3.11.1 配制:称取 4 g 氢氧化钠溶于 250 mL 水中,加 1 mL 氯化钡溶液(3.7),煮沸 1~2 min,冷却后,用水稀释至 1 000 mL,摇匀,静置,待碳酸钠沉淀下沉后,将上层清液虹吸到另一塑料瓶中。

3.11.2 标定:称取 0.300 0 g 预先经 105℃烘 1 h 后并置于干燥器中冷却至室温的基准苯二甲酸氢钾三份,分别置于 250 mL 锥形瓶中。用 20 mL 乙醇溶解,加约 50 mL 中性水(3.8),加 2~3 滴酚酞溶液(3.10),用氢氧化钠标准溶液(3.11.1)滴定至溶液呈粉红色。三份溶液所消耗氢氧化钠标准溶液的毫升数的极差值不应超过 0.05 mL,取其平均值,氢氧化钠标准溶液的浓度按式(1)计算:

国家技术监督局 1994-09-26 批准

1995-06-01 实施

$$c = \frac{m}{\frac{V}{1\,000} \times 204.22} \dots\dots\dots(1)$$

式中: c ——氢氧化钠标准溶液的物质的量浓度, mol/L;

m ——苯二甲酸氢钾的质量, g;

V ——标定时所消耗的氢氧化钠标准溶液的平均体积, mL;

204.22——苯二甲酸氢钾的摩尔质量, g/mol。

4 分析步骤

4.1 试样量

称取 1.000 g 试样。

4.2 空白试验

随同试样做空白试验。

4.3 测定

4.3.1 将试样(4.1)置于 300 mL 锥形瓶中,加 30 mL 盐酸(3.2),低温加热,试样完全溶解后滴加 2 mL 过氧化氢溶液(3.4)煮沸 2~3 min,取下,冷却。

4.3.2 试液移入 500 mL 容量瓶中,加水至约 400 mL,在不断摇动下,滴加氢氧化钠溶液(3.5)至氢氧化物沉淀开始生成后再过量 20 mL,用水稀释至刻度,摇匀,移入 500 mL 干塑料烧杯中,待沉淀下沉后,用快速滤纸干过滤于 250 mL 容量瓶中,弃去开始的几毫升滤液,满刻度后,将滤液倒入 500 mL 锥形瓶中,用少量的水洗容量瓶,洗液并入锥形瓶中,加 3 滴对-硝基酚溶液(3.9),用盐酸(3.3)中和至黄色消失,并过量 0.5 mL 盐酸(3.3),煮沸试液浓缩至体积为 80~100 mL。

注:强碱分离时,碱性溶液不宜长时间接触玻璃器皿,否则,导致空白值增高。

4.4 滴定

将煮沸试液取下,稍冷,立即用流水冷却至室温,用氢氧化钠溶液(3.6)调节试液至刚出现浅黄色,加 6 g 甘露醇(3.1),振荡,加入 5~6 滴酚酞溶液(3.10),用氢氧化钠标准溶液(3.11)滴定试液至呈现粉红色,再加 1 g 甘露醇(3.1),继续滴定,并反复加甘露醇(3.1)滴定,直至红色不消失为终点。

5 分析结果的计算

按式(2)计算硼的百分含量:

$$B(\%) = \frac{c(V_2 - V_3)V \times 0.010\,81}{m \cdot V_1} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中: c ——氢氧化钠标准溶液的物质的量浓度, mol/L;

V ——试液总体积, mL;

V_1 ——分取试液体积, mL;

V_2 ——滴定试液所消耗氢氧化钠标准溶液的体积, mL;

V_3 ——滴定试剂空白所消耗氢氧化钠标准溶液的体积, mL;

m ——试样量, g;

0.010 81——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的硼的质量, g。

6 精密度

本标准的精密度是在 1993 年选择 4 个水平由 8 个实验室共同试验结果确定的,精密度见下表。原始数据见附录 A。

GB/T 223.6—94

水平范围, % (m/m)	重复性 r	再现性 R
0.560~1.851	$r = 0.025\ 06 + 0.004\ 409m$	$\lg R = -1.399\ 4 + 0.403\ 4 \lg m$

如果两个独立测试结果之间的差值超过表中所列精密度函数式计算出来的重复性和再现性数值, 则认为这两个结果是可疑的。

附 录 A
精密度试验原始数据
(补充件)

实 验 室 \ 水 平	1	2	3	4
1	0.567	0.906	1.393	1.859
	0.557	0.896	1.383	1.848
	0.565	0.891	1.378	1.863
2	0.547	0.911	1.383	1.844
	0.557	0.933	1.404	1.865
	0.568	0.933	1.404	1.822
3	0.551	0.927	1.403	1.850
	0.561	0.915	1.414	1.867
	0.568	0.936	1.403	1.871
4	0.560	0.924	1.380	1.868
	0.550	0.903	1.370	1.858
	0.550	0.903	1.360	1.847
5	0.559	0.953	1.388	1.829
	0.565	0.957	1.365	1.825
	0.573	0.948	1.375	1.834
6	0.584	0.932	1.431	1.880
	0.551	0.923	1.414	1.838
	0.559	0.940	1.406	1.846
7	0.540	0.908	1.394	1.859
	0.562	0.934	1.384	1.859
	0.562	0.919	1.394	1.859
8	0.556	0.922	1.409	1.843
	0.556	0.908	1.396	1.856
	0.569	0.935	1.409	1.843

附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由本溪钢铁公司钢铁研究所、冶金部钢铁研究总院起草。

本标准主要起草人刘晓平、王本义、王玉兴。

本标准水平等级标记 GB/T 223.6 I

(京)新登字 023 号

GB/T 223.6—94

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
钢铁及合金化学分析方法
中和滴定法测定硼量

GB/T 223.6—94

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
电 话:8522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 7 千字
1995 年 4 月第一版 1995 年 4 月第一次印刷
印数 1—2 500

*

书号: 155066·1-11417 定价 8.00 元

*

标 目 261—57



GB/T 223.6—1994