

前　　言

本标准是根据核级碳化硼粉末的生产和使用的实际情况以及多年来大量分析实践经验,本着易于广泛采用的原则编制而成。

本标准中所述游离硼包括了水溶性三氧化二硼和硝酸可溶硼。本标准采用了不需特殊设备的过氧化氢和硝酸水浴加热溶样、酸碱滴定法测定核级碳化硼中游离硼量的方法。

本标准遵守:

GB/T 1.4—1988 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB/T 1467—1978 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

本标准由有色金属工业标准计量质量研究所提出。

本标准由中南工业大学粉末冶金研究所负责起草。

本标准主要起草人:肖彩林、刘若鸣、奉冬文、廖寄乔。

中华人民共和国有色金属行业标准

核级碳化硼粉末化学分析方法

游离硼量的测定

YS/T 423.3—2000

Methods for chemical analysis of nuclear-grade boron carbide powder

1 范围

本标准规定了核级碳化硼粉末中游离硼量的测定方法。

本标准适用于核级碳化硼粉末中游离硼量的测定,也可用于核级碳化硼芯块中游离硼量的测定。测定范围:0.1%~3.0%。

2 方法原理

试料以过氧化氢和硝酸混合液沸水浴加热后游离硼被溶解，而化合硼中的硼则不溶解。过滤，取滤液以酸碱滴定法测定游离硼量。

3 试剂

- 3.1 碳酸钙(粉末)。
 - 3.2 碳酸钡(粉末)。
 - 3.3 硝酸(ρ l. 42 g/mL)。
 - 3.4 丙三醇(4+1)。
 - 3.5 过氧化氢(10%)。
 - 3.6 对硝基酚(1 g/L):用乙醇(4+1)配制。
 - 3.7 酚酞(5 g/L):称取 0.25 g 酚酞溶于 30 mL 乙醇中,用水稀释至 50 mL,混匀。
 - 3.8 硼标准溶液:称取 8.573 7 g 高纯硼酸溶于煮沸过的水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,用煮沸并冷却过的水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.5 mg 硼。
 - 3.9 盐酸标准滴定溶液:0.05 mol/L。
 - 3.9.1 配制:取 4.2 mL 盐酸(ρ l. 19 g/mL)置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。
 - 3.9.2 标定:移取 25.00 mL 盐酸标准滴定溶液(3.9.1)于 250 mL 锥形瓶中,加 20 mL 水,4 滴酚酞溶液(3.7),用氢氧化钠标准溶液(3.10.1)滴定至溶液呈红色为终点。

按式(1)计算氢氧化钠标准溶液对盐酸标准滴定溶液的体积比值:

式中： V_1 ——滴定时消耗氢氧化钠标准溶液的体积，mL；

V_0 ——移取盐酸标准滴定溶液的体积, mL。

- 3.10 氢氧化钠标准溶液: 0.05 mol/L。

国家有色金属工业局 2000-03-29 批准

2000-10-01 实施

3.10.1 配制：称取 4 g 氯氧化钠溶于 400 mL 水中，加 2 mL 氯化钡溶液(100 g/L)，煮沸 2~3 min，稍冷，移入 2 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度，混匀。静置，待碳酸钡下沉后将上层清液虹吸到另一塑料瓶中，标定后使用。

3.10.2 标定：移取 10.00 mL 硼标准溶液(3.6)3 份，分别置于 250 mL 锥形瓶中，加适量水，加 30 mL 丙三醇(3.4)，充分摇动，加 5~10 滴酚酞溶液(3.7)，用氢氧化钠标准溶液(3.10.1)滴定至呈红色并过量 0.5 mL，记下所消耗的体积，再以盐酸标准滴定溶液(3.9)返滴至溶液呈无色，记下所消耗的体积。3 份溶液所消耗氢氧化钠标准溶液体积的极差值不超过 0.05 mL，取其平均值。

按式(2)计算氢氧化钠标准溶液对硼的滴定度:

$$T = \frac{V_2 \cdot c \times 10^{-3}}{V_3 \cdot V_4 \cdot K} \quad \dots \dots \dots \quad (2)$$

式中： T —氢氧化钠标准溶液对硼的滴定度，g/mL；

V_1 —移取硼标准溶液的体积,ml。

c 调标准溶液的浓度, mg/ml₂;

V_3 滴定所消耗氢氧化钠标准溶液的体积, mL₂

V₁——滴定所消耗盐酸标准滴定溶液的体积·mL。

K ——氢氧化钠标准溶液对盐酸标准滴定溶液体积的比值。

4 试样

样品粒度应不大于 0.974 mm。

5 分析步骤

5.1 试料

按表 1 称取试样, 精确至 0.0001 g。

独立地进行3次测定，取其平均值。

七

游離硼量, %	試劑量, g
0.7~1.0	1.000 C
>1.0~5.0	0.400 G

5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 取试料(5.1)于300 mL烧杯中,加20 mL过氧化氢(3.5),加10滴硝酸(3.3),再加少许滤纸浆,以少量水冲洗杯壁,盖上表面皿,于沸水浴加热处理40 min。取出,稍煮沸,以水冲洗表面皿及杯壁。

5.3.2 边搅拌边加入碳酸钙(3.1)中和至无二氧化碳气泡冒出为止,再加入1~2 g 碳酸钠(3.2),加热水至100 mL,煮沸5~10 min,稍静置,用双层中速滤纸过滤,用冷水洗涤沉淀及滤纸6~8次。滤液用300 mL 锥形瓶接收。

5.3.3 滤液煮沸至冒大气泡,取下,流水冷却至室温。加2滴对硝基酚(3.6),用硫酸标准滴定溶液(3.9)滴定至无色(不计量)。加30 mL丙三醇(3.4),充分摇动,加5~10滴酚酞(3.7),用氢氧化钠标准溶液(3.10)滴定至红色,并过量0.5 mL,记下所消耗的体积,再以盐酸标准滴定溶液(3.9)滴定至呈黄色(红色消失)为终点,记下所消耗的体积。

6 分析结果的表述

按式(3)计算硼的百分含量:

$$B(\%) = \frac{T[V_5 - V_7 - K(V_6 - V_8)]}{m_s} \times 100 \quad \dots \dots \dots \quad (3)$$

式中： V_1 —滴定试样所消耗氢氧化钠标准溶液的体积，mL；

V_6 —滴定过量氢氧化钠标准溶液所消耗盐酸标准滴定溶液的体积, mL;

T —氯氧化钠标准溶液对硼的滴定度, g/mL;

V₁—滴定空白所消耗氢氧化钠标准溶液的体积, mL。

V_1 —滴定空白所消耗盐酸标准滴定溶液的体积, mL。

K —氯氧化钠标准溶液对扑酸标准滴定溶液体积的比值。

m₁—试料的质量 g

所得結果表示至二位小數

7 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

硼量	允许差
0.10~1.00	0.08
>1.00~3.00	0.15