

# 中华人民共和国国家标准

UDC 669.245-492.2  
:543.062

## 镍基合金粉化学分析方法 中和滴定法测定硼量

GB 8638.1—88

Nickel base alloy powder—Determination of  
boron content—Alkalimetric method

本标准适用于不含钨、钼的镍基合金粉末中硼量的测定。测定范围：1.00%~5.00%。  
本标准遵守 GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

### 1 方法提要

试样用过氧化钠熔融，盐酸酸化，亚硫酸钠还原铬，强碱分离铁、铬、镍等元素。将溶液调至中性，用碳酸钡(钙)分离铝。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硼量。

### 2 试剂

2.1 过氧化钠。

2.2 亚硫酸钠。

2.3 氢氧化钠。

2.4 碳酸钡(钙)。

2.5 甘露醇。

2.6 盐酸( $\rho$  1.19 g/mL)。

2.7 盐酸(1+20)。

2.8 对硝基酚溶液(0.1%)：用乙醇(4+1)配制。

2.9 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，混匀。

2.10 硼标准溶液：称取 5.7158 g 高纯硼酸溶于煮沸过的水中，移入 500 mL 容量瓶，用煮沸过的水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 2.00 mg 硼。

2.11 盐酸标准溶液 [ $c(\text{HCl})=0.05 \text{ mol/L}$ ]：

2.11.1 配制：取 4.2 mL 盐酸(2.6)置于 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

2.11.2 标定：移取 25.00 mL 盐酸标准溶液(2.11.1)于 200 mL 锥形瓶中，加 20 mL 水、4 滴酚酞溶液(2.9)，用氢氧化钠标准溶液(2.12.1)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溶液的比值：

$$K = \frac{V_1}{V_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中： $V_1$ ——滴定时消耗氢氧化钠标准溶液的体积，mL；

$V_0$ ——移取盐酸标准溶液的体积，mL。

2.12 氢氧化钠标准溶液 [ $c(\text{NaOH})=0.05 \text{ mol/L}$ ]：

2.12.1 配制：称取 2 g 氢氧化钠(2.3)溶于 250 mL 水中，加 1 mL 氯化钡(钙)溶液(10%)，煮沸 1~2 min，稍冷，移入 1 000 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瓶中，标定后使用。

2.12.2 标定：移取 10.00 mL 硼标准溶液 (2.10) 三份，分别置于 300 mL 锥形瓶中，加适量水，加 4 滴酚酞溶液 (2.9)、2 g 甘露醇 (2.5)，用氢氧化钠标准溶液 (2.12.1) 滴定至溶液呈红色并过量 0.5 mL，记下所消耗的体积  $V_1$ ，再以盐酸标准溶液 (2.11) 返滴至溶液呈无色，记下所消耗的体积  $V_2$ 。三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：

$$T = \frac{V_2 \cdot c \cdot 10^{-3}}{V_1 - V_2 \cdot K} \dots\dots\dots (2)$$

式中： $T$ ——氢氧化钠标准溶液对硼的滴定度，g/mL；

$V_2$ ——移取硼标准溶液的体积，mL；

$c$ ——硼标准溶液的浓度，mg/mL；

$V_1$ ——滴定所消耗氢氧化钠标准溶液的体积，mL；

$V_2$ ——滴定所消耗盐酸标准溶液的体积，mL；

$K$ ——氢氧化钠标准溶液对盐酸标准溶液的比值。

### 3 分析步骤

#### 3.1 测定次数

平行测定两次，取其平均值。

#### 3.2 试样量

称取 0.5000 g 试样。

#### 3.3 空白试验

随同试样做空白试验。

#### 3.4 测定

3.4.1 将试样 (3.2) 置于预先熔有 1 g 氢氧化钠 (2.3) 的石墨坩埚中，加 4 g 过氧化钠 (2.1)，用细金属丝搅匀，上面覆盖约 1 g 过氧化钠 (2.1)，加热熔融，稍冷，置于聚四氟乙烯烧杯中，用沸水浸取，洗净坩埚，加 20 mL 盐酸 (2.6)，分批加亚硫酸钠 (2.2)，摇动直至使铬全部被还原。将溶液倾入盛有 8 g 氢氧化钠 (2.3) 的聚四氟乙烯烧杯中，充分摇动，作用完全后冷却，转移到 250 mL 容量瓶中，并稀释至刻度，混匀。

3.4.2 用双层中速滤纸过滤，移取 100 mL 滤液于 400 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加 3~4 滴对硝基酚溶液 (2.8)，用盐酸 (2.6) 调至酸性并过量 2 mL，加入碳酸钡 (钙) (2.4)，煮沸至溶液呈黄色，继续低温蒸发至体积约 50 mL，冷却。用双层中速滤纸过滤，用煮沸过的热水洗净烧杯和滤纸。滤液用 300 mL 锥形瓶接收。

3.4.3 加 2 滴对硝基酚溶液 (2.8)，用盐酸 (2.7) 调至溶液无色。加 5 g 甘露醇 (2.5)、4 滴酚酞溶液 (2.9)，用氢氧化钠标准溶液 (2.12) 滴定至溶液呈红色，并过量 0.5 mL，记下所消耗的体积，再以盐酸标准溶液 (2.11) 滴定至溶液呈黄色为终点，记下所消耗的体积。

### 4 分析结果的计算

按式(3)计算硼的百分量：

$$B(\%) = \frac{V_3 \cdot T \cdot [V_7 - V_8 - K \cdot (V_9 - V_{10})]}{V_3 \cdot m} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中： $V_3$ ——试样溶液的总体积，mL；

$V_7$ ——移取试样溶液的体积，mL；

$V_8$ ——滴定试样溶液所消耗氢氧化钠标准溶液的体积，mL；

$V_9$ ——滴定过量氢氧化钠标准溶液所消耗盐酸标准溶液的体积，mL；

$T$ ——氢氧化钠标准溶液对硼的滴定度，g/mL；

- $V_0$  —— 滴定空白试验所消耗氢氧化钠标准溶液的体积, mL;  
 $V_{10}$  —— 滴定空白试验所消耗盐酸标准溶液的体积, mL;  
 $K$  —— 氢氧化钠标准溶液对盐酸标准溶液的比值;  
 $m$  —— 称样量, g。

## 5 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1

%

硼 量	允 许 差
1.00~2.00	0.10
>2.00~4.00	0.15
>4.00~6.00	0.20

### 附加说明:

本标准由冶金工业部钢铁研究总院负责起草。

本标准由冶金工业部钢铁研究总院起草。

本标准主要起草人麻三清。