

## 中华人民共和国国家标准

硼铁化学分析方法  
碱量滴定法测定硼量

Methods for chemical analysis of ferroboron

The alkalimetric method for the  
determination of boron contentUDC 669.15/781  
:543.06

GB 3653.1—88

代替 3653.1—83

## 1 主题内容与适用范围

本标准规定了碱量滴定法测定硼量。

本标准适用于硼铁中硼量的测定。测定范围：3.00%~26.00%。

## 2 方法提要

试样用碳酸钾钠-过氧化钠熔融分解后用水浸出，干过滤分离铁、锰、镍等。取部分滤液，加入柠檬酸隐蔽铝。用酸度计指示，将试液调整至 pH6.9，加入甘露醇，用氢氧化钠标准溶液滴定至 pH6.9 即为终点。

## 3 试剂

3.1 碳酸钾钠。

3.2 过氧化钠。

3.3 甘露醇。

3.4 柠檬酸溶液(20 g/L)。

3.5 盐酸(1+1)。

3.6 甲基红指示剂(1 g/L)。

3.7 氢氧化钠溶液(100 g/L)。

3.8 乙醇。

3.9 硼标准溶液：称取基准硼酸 11.432 0 g，置于 500 mL 烧杯中，加入 200 mL 水，溶解后，移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.004 0 g 硼。

3.10 氢氧化钠标准溶液： $c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$ 。

## 3.10.1 配制

称取 4 g 氢氧化钠，溶解于 250 mL 水中，加入 10 mL 氯化钡溶液(100 g/L)，煮沸 1~2 min，冷却，用水稀释至 1 L，混匀。静置待碳酸钡沉淀下沉后，将上层澄清液虹吸到另一瓶中，标定后使用。

## 3.10.2 标定

移取 5.00 mL 硼标准溶液(3.9)于 250 mL 烧杯中，加入 100 mL 水、10 mL 柠檬酸溶液(3.4)，插入电极，连接酸度计，开动电磁搅拌器，用氢氧化钠溶液(3.7)调整溶液至 pH6.9，加入 20 g 甘露醇(3.3)，用氢氧化钠标准溶液(3.10)滴定至 pH6.9 即为终点。

氢氧化钠标准溶液对硼的滴定度  $T(\text{g/mL})$  按式(1)计算：

中华人民共和国冶金工业部 1988-12-20 批准

1990-01-01 实施

## GB 3653.1—88

$$T = \frac{V_0 \times c}{V_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中:  $V_0$ ——滴定时移取硼标准溶液的体积, mL;  
 $c$ ——1 mL 硼标准溶液中含硼量, g/mL;  
 $V_1$ ——滴定时所用氢氧化钠标准溶液的体积, mL。

## 4 仪器

酸度计、玻璃电极、甘汞电极、电磁搅拌器。

## 5 试样

试样应通过0.088 mm 筛孔。

## 6 分析步骤

## 6.1 试样量

称取0.5000 g 试样。

## 6.2 空白试验

随同试样做空白试验。

## 6.3 测定

6.3.1 将试样(6.1)置于盛有4 g 碳酸钾钠(3.1)的镍(铁)坩埚中,用塑料棒混匀,置于500~600℃的高温炉中,加热至试样与熔剂刚好呈红色,取出冷却。加入6 g 过氧化钠(3.2)置于高温炉口,待过氧化钠变成液体后,再置于高温炉中部(炉温800~850℃),取出冷却。

6.3.2 将盛有熔融物的坩埚,置于盛有120 mL 水的300 mL 石英烧杯中,加热浸取,加入2 mL 乙醇(3.8),煮沸3~5 min,将坩埚取出洗净(如发现少许熔融物粘于坩埚底部,可用数滴盐酸(3.5),稍为加热溶解后,合并于主液中)。冷却,移入500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,静置片刻。

6.3.3 用双层快速滤纸干过滤,移取100.0 mL 滤液,置于300 mL 石英烧杯中或无硼玻璃烧杯中,加入10 mL 柠檬酸溶液(3.4),加2滴甲基红指示剂(3.6),用盐酸(3.5)中和至呈红色,盖上表面皿,加热煮沸10 min,冷却至室温,补加水使试液体积至120 mL 左右。接通电极和酸度计,开动搅拌器。用氢氧化钠溶液(3.7)调整至pH6.9,加入20 g 甘露醇(3.3),在不断搅拌下,用氢氧化钠标准溶液(3.10)滴定至pH 6.9即为终点。

## 7 结果计算

硼的百分含量B(%)按式(2)计算:

$$B = \frac{(V_2 - V_3) \times T}{m \cdot r} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:  $V_2$ ——滴定试液所消耗氢氧化钠标准溶液的体积, mL;  
 $V_3$ ——滴定随同试样的空白所消耗氢氧化钠标准溶液的体积, mL;  
 $T$ ——氢氧化钠标准溶液对硼的滴定度, g/mL;  
 $m$ ——试样量, g;  
 $r$ ——试液分取比。

## 8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

## GB 3653.1—88

		%
硼	量	允 许 差
≤10.00		0.15
>10.00~15.00		0.20
>15.00~20.00		0.25
>20.00		0.30

**附加说明：**

本标准由本溪钢铁公司负责起草。

本标准起草人王本义。

本标准等效采用苏联标准 ГОСТ 14021.1—78《硼铁化学分析方法硼量的测定》。

本标准水平等级标记 GB 3653.1—88 I