

中华人民共和国

国家标准

钢铁及合金中硼量的测定

GB 223-6-81

总则及一般规定按 GB 1467-78 执行。

一、酸碱中和容量法

1. 方法提要

试样用盐酸溶解, 过氧化氢氧化, 强碱分离铁、铬、镍等元素。铝的干扰用对硝基酚为指示剂, 将溶液调节至中性, 过滤除掉。在酸性溶液中煮沸驱除二氧化碳, 重新调节至 pH7, 在甘露醇存在下, 用酚酞为指示剂, 用氢氧化钠标准溶液滴定。

适用范围: 本法只适用于不含钨、钼的高硼钢。

测定范围: 0.5~2.0%。

2. 试剂

甘露醇: 固体。

盐酸 (1+1)、(1+10)。

过氧化氢 (1+1): 贮于塑料瓶中。

氢氧化钠溶液 (0.4%)、(20%): 贮于塑料瓶中。

中性水: 将蒸馏水煮沸驱除二氧化碳后, 流水冷却。用时制备。

对硝基酚溶液 (1%): 用乙醇 (4+1) 配制。

酚酞溶液 (0.5%): 称取 0.25 克酚酞溶于 30 毫升乙醇中, 用水稀释至 50 毫升。

氢氧化钠标准溶液 (约 0.1N): 称取 4 克氢氧化钠溶于 250 毫升水中, 加 1 毫升 10% 氯化钡溶液, 煮沸 1~2 分钟, 稍冷, 用水稀释至 1 升, 摇匀, 静置, 待碳酸钡沉淀下沉后, 将上层清液虹吸到另一瓶中, 标定后使用。

氢氧化钠标准溶液的标定: 称取 0.3000 克基准苯二甲酸氢钾 (预先经 105℃ 烘 1 小时后, 置于干燥器中冷却至室温) 三份, 分别置于 250 毫升锥形瓶中, 用 20 毫升乙醇溶解, 加约 50 毫升中性水, 加 2~3 滴 0.5% 酚酞溶液, 用氢氧化钠标准溶液滴定至溶液呈粉红色即为终点。三份溶液所消耗氢氧化钠标准溶液毫升数的极差值不超过 0.05 毫升, 取其平均值。

氢氧化钠标准溶液的当量浓度按下式计算:

$$N = \frac{W \times 1000}{E \times V}$$

式中: N ——氢氧化钠标准溶液的当量浓度;

W ——苯二甲酸氢钾的重量 (克);

E ——苯二甲酸氢钾的当量 (204.22);

V ——滴定所消耗氢氧化钠标准溶液的体积 (毫升)。

3. 分析步骤

国家标准总局发布

中华人民共和国冶金工业部 提出

1982年3月1日 实施

冶金部钢铁研究总院 起草
本钢研究所

称取 1.0000 克试样 (随同试样做试剂空白) 置于 300 毫升锥形瓶中, 加 30 毫升盐酸 (1+1), 低温加热, 试样完全溶解后, 滴加 2 毫升过氧化氢溶液 (1+1), 煮沸 2~3 分钟, 取下冷却, 移入 500 毫升容量瓶中, 加水至约 400 毫升, 在不断摇动下, 加 20% 氢氧化钠溶液, 至氢氧化物沉淀开始生成后, 过量 20 毫升, 用水稀释至刻度, 摇匀^①。移入 800 毫升干烧杯中, 待沉淀下沉后, 用快速滤纸干过滤于 250 毫升容量瓶中至刻度为止。将滤液倒入 500 毫升锥形瓶中, 用少量水洗容量瓶, 洗液并入上述溶液中。

加 3 滴 1% 对硝基酚溶液, 用盐酸 (1+1) 中和至黄色消失, 用 0.4% 氢氧化钠溶液调节至黄色出现^② 用盐酸 (1+10) 调节至黄色消失并过量 0.5 毫升, 煮沸, 将试液浓缩至体积为 80~100 毫升, 取下稍冷, 立即用流水冷却至常温, 再用 0.4% 氢氧化钠溶液调节至刚出现微黄色。

加 6 克甘露醇, 振荡, 加 5~6 滴 0.5% 酚酞溶液, 用氢氧化钠标准溶液滴定至溶液呈粉红色, 再加 1 克甘露醇, 继续滴定, 并反复加甘露醇至红色不消失为终点。

硼的百分含量按下式计算:

$$B(\%) = \frac{N \times (V_2 - V_3) \times 0.01081}{W \times \frac{V_1}{V}} \times 100$$

式中: V ——试液总体积 (毫升);

V_1 ——移取试液体积 (毫升);

V_2 ——滴定试液所消耗氢氧化钠标准溶液的体积 (毫升);

V_3 ——滴定试剂空白所消耗氢氧化钠标准溶液的体积 (毫升);

N ——氢氧化钠标准溶液的当量浓度;

W ——称样量 (克);

0.01081——每毫克当量硼的重量 (克)。

注: ① 强碱分离时, 碱性溶液不宜长时间接触玻璃容器, 否则导致空白值增高。最好用塑料烧杯分离。

② 若试样含铝时, 用 0.4% 氢氧化钠溶液调节至黄色, 再用盐酸 (1+10) 和 0.4% 氢氧化钠溶液中和至中性 (当滴入 1 滴 0.4% 氢氧化钠溶液, 恰好出现黄色), 煮沸, 如果黄色消失, 可滴加 0.4% 氢氧化钠溶液至出现黄色。冷却, 用快速滤纸过滤于 500 毫升锥形瓶中, 用热水洗涤沉淀 4~5 次, 弃去沉淀, 滤液用盐酸 (1+10) 中和至黄色消失后, 并过量 0.5 毫升, 煮沸 20 分钟, 以下按分析步骤进行。

二、甲醇蒸馏—姜黄素光度法

1. 方法提要

硼和甲醇生成硼酸甲酯经蒸馏与其他元素分离。在草酸存在下, 硼与草酸、姜黄素形成红色络合物, 测其吸光度。

适用范围: 本法适用于碳钢、合金钢、高温合金、精密合金。

测定范围: 0.0005~0.20%。

2. 试剂与仪器

无水碳酸钠: 固体。

磷酸 (比重 1.69): 特纯。

甲醇。

丙酮。

过氧化氢 (比重 1.10)。

硫酸 (比重 1.84)、(1+6)、(1+3)。

盐酸 (1+4)。

氢氧化钙悬浮液: 称取 3.7 克氢氧化钙 (一级) 溶于 500 毫升水中, 贮于塑料瓶中, 用时摇匀。