

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 424.2—XXXX

代替 YS/T 424.2—2000

二硼化钛粉化学分析方法

第 2 部分：总硼含量的测定

中和滴定法

Methods for chemical analysis of titanium diboride powder—

Part 2: Determination of total boron content—

Neutralization titration method

(报批稿)

202×-××-××发布

202×-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是 YS/T 424-202X《二硼化钛粉化学分析方法》的第2部分。YS/T 424-202X 已经发布了以下部分：

- 第1部分：钛含量的测定 硫酸铁铵滴定法；
- 第2部分：总硼含量的测定 中和滴定法；
- 第3部分：铁含量的测定 1,10-邻二氮杂菲分光光度法；
- 第4部分：碳含量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第5部分：氧含量的测定 脉冲加热惰气熔融-红外吸收法。

本文件代替 YS/T 424.2-2000《二硼化钛粉末化学分析方法 总硼量的测定》，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 标准名称更改为《二硼化钛粉化学分析方法 第2部分：总硼含量的测定 中和滴定法》；
- b) 增加了规范性引用文件、术语和定义（见第2章、第3章）；
- c) 删除了硼标准溶液（见2000年版的3.7）；
- d) 增加了苯二甲酸氢钾（基准试剂）、盐酸（ $\rho=1.19\text{ g/mL}$ ）（见5.3、5.4）；
- e) 增加了瓷坩埚或刚玉坩埚（见5.11）；
- f) 更改了氢氧化钠标准溶液的配制方法（见5.9，2000年版的3.9.1）；
- g) 更改了氢氧化钠标准溶液的标定方法及计算公式（见5.10，2000年版的3.9.2）；
- h) 更改了样品要求（见第6章，2000年版的第4章）；
- i) 删除了“独立地进行3次测定，取其平均值”（见2000年版的5.1）；
- j) 增加了平行试验（见7.2）；
- k) 更改了灼烧温度和灼烧时间（见7.4.2，2000年版的5.3.2）；
- l) 更改了总硼含量的计算公式（见第8章，2000年版的第6章）；
- m) 增加了“按照 GB/T 8170 的规定进行数值修约”（见第8章）；
- n) 增加了试验报告条款（见第10章）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件起草单位：中南大学、长沙矿冶院检测技术有限责任公司、国标(北京)检验认证有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、贵州省分析测试研究院、湖南华威景程材料科技有限公司。

本文件主要起草人：郑灵芝、谭朝晖、奉冬文、黄志锋、李志辉、向洁、栗生辰、张大权、张天姣、王芳、殷姝雅、向开宇、彭志明、彭波林。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 2000年首次发布为 YS/T 424.2-2000；
- 本次为第一次修订。

## 引 言

二硼化钛粉是一种灰黑色粉末，具有极好的化学稳定性和抗热振性能，抗氧化温度高，能抗 1100℃ 以下的氧化，其制品具有较高的强度和韧性。

二硼化钛及其复合材料已引起广泛关注，被公认为是具有推广价值和应用前景的高新技术材料。

YS/T 424-202X 旨在完善二硼化钛粉化学分析方法，拟由 5 部分组成：

- 第 1 部分：钛含量的测定 硫酸铁铵滴定法；
- 第 2 部分：总硼含量的测定 中和滴定法；
- 第 3 部分：铁含量的测定 1,10-邻二氮杂菲分光光度法；
- 第 4 部分：碳含量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第 5 部分：氧含量的测定 脉冲加热惰气熔融-红外吸收法。

本文件采用中和滴定法测定二硼化钛粉中的总硼含量，测定范围为 20.00%~40.00%。

本文件完善了二硼化钛粉的产业链，有利于生产企业和使用加工企业采用统一的分析方法开展质量检验工作，有利于市场公平交易环境的形成，具有较大的社会效益。

# 二硼化钛粉化学分析方法

## 第2部分：总硼含量的测定 中和滴定法

### 1 范围

本文件规定了二硼化钛粉中总硼含量的测定方法。

本文件适用于二硼化钛粉中总硼含量的测定。测定范围：20.00%~40.00%。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

### 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

### 4 原理

试料与碳酸钙混合后在 980℃ 烧结分解，以水浸取，加盐酸中和至弱酸性，再加碳酸钙中和并加碳酸钡煮沸沉淀部分共存元素，过滤后取滤液以酸碱滴定法测定硼含量。

### 5 试剂和材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 规定的二级及以上纯度的水。

5.1 碳酸钙（粉末）。

5.2 碳酸钡（粉末）。

5.3 苯二甲酸氢钾（基准试剂）。

5.4 盐酸（ $\rho=1.19\text{ g/mL}$ ）。

5.5 盐酸（2+1）。

5.6 丙三醇（4+1）。

5.7 盐酸标准滴定溶液（0.1 mol/L）的配制：取 8.3 mL 盐酸（5.4）置于 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

5.8 盐酸标准滴定溶液（0.1 mol/L）的标定：移取 25.00 mL 盐酸标准滴定溶液（5.7）于 250 mL 锥形瓶中，加入 20 mL 水，4 滴酚酞指示剂（5.13），用氢氧化钠标准溶液（5.9）滴定至溶液呈红色为终点。

平行标定三份，三份溶液所消耗氢氧化钠标准溶液体积的差值不超过 0.05 mL，取其平均值。

氢氧化钠标准溶液对盐酸标准滴定溶液体积的比值按公式（1）计算：

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

式中:

$K$ ——氢氧化钠标准溶液对盐酸标准滴定溶液体积的比值;

$V_1$ ——滴定时消耗氢氧化钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_0$ ——移取盐酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)。

5.9 氢氧化钠标准溶液(0.1 mol/L)的配制:称取4 g 氢氧化钠溶于400 mL 新煮沸冷却后的水中,加入少许氯化钡,稀释至1000 mL,混匀。放置沉淀,吸取清液贮存于塑料瓶中,备用。

5.10. 氢氧化钠标准溶液(0.1 mol/L)的标定:

准确称取0.60 g(精确到0.0001g)经105 °C~110 °C烘2 h后的苯二甲酸氢钾(5.3),置于250 mL 锥形瓶中,加入100 mL 新煮沸冷却后的水,摇动锥形瓶使其溶解,加入4滴酚酞指示剂(5.13),用氢氧化钠标准溶液(5.9)滴定至溶液呈红色为终点。

平行标定三份,三份溶液所消耗氢氧化钠标准溶液体积的差值不超过0.05 mL,取其平均值。

氢氧化钠标准溶液的摩尔浓度  $c$  按公式(2)计算,单位为摩尔每升(mol/L):

$$c = \frac{m_0 \times 10^3}{M \times V_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$m_0$ ——称取苯二甲酸氢钾的质量,单位为克(g);

$M$ ——苯二甲酸氢钾的分子量,单位为克每摩尔(g/mol),数值为204.00;

$V_2$ ——标定所消耗氢氧化钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL)。

5.11 瓷坩埚或刚玉坩埚(30 mL 或 50 mL)。

5.12 对硝基酚指示剂(1 g/L):用乙醇(4+1)配制。

5.13 酚酞指示剂(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。

## 6 样品

样品为粉末状,粒度应不大于0.104 mm。

## 7 试验步骤

### 7.1 试料

称取0.10 g 试样,精确至0.000 1 g。

### 7.2 平行试验

平行做两份试验,取其平均值。

### 7.3 空白试验

随同试料做空白试验。

### 7.4 测定

7.4.1 在瓷坩埚或刚玉坩埚(5.11)中加入1 g~2 g 碳酸钙(5.1),并做成窝状。

7.4.2 将试料(7.1)与2 g~3 g 碳酸钙(5.1)混匀,置于坩埚(7.4.1)中,面上再覆盖约1g 碳酸钙(5.1),于950°C~1000°C中灼烧5 h ~6 h。取出,冷却,用约50 mL 热水浸出,置于250 mL 烧杯中。

7.4.3 用盐酸(5.5)中和至溶液成酸性并过量2 mL(此时有白色TiO<sub>2</sub>的沉淀),搅拌并加热至煮沸,取下稍冷后再加入碳酸钙(5.1)中和至无二氧化碳气泡冒出为止,此时有过量的碳酸钙沉淀,再加入1 g~2 g

碳酸钡(5.2)，煮沸 5 min ~10 min，取下冷却，用双层中速滤纸过滤，滤液用 500 mL 锥形瓶接收，用煮沸过的热水洗涤沉淀和滤纸 6 次~8 次。

7.4.4 滤液煮沸至冒大气泡（此时无二氧化碳气泡），取下，用流水冷却至室温。加入 2 滴对硝基酚指示剂(5.12)，用盐酸标准滴定溶液(5.7)滴至溶液无色（不计量）。加入 30 mL 丙三醇(5.6)，充分摇动，加入 5 滴~10 滴酚酞指示剂(5.13)，用氢氧化钠标准溶液(5.9)滴定至呈红色并过量 0.5 mL，记下所消耗的体积（ $V_3$ ），再以盐酸标准滴定溶液(5.7)滴定至溶液呈黄色（红色消失）为终点，记下所耗的体积（ $V_4$ ）。

## 8 试验数据处理

总硼含量以硼的质量分数  $w_B$  计，按公式（3）计算：

$$w_B = \frac{c(V_3 - KV_4)M \times 10^{-3}}{m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$c$ ——氢氧化钠标准溶液的摩尔浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

$V_3$ ——滴定试液所消耗氢氧化钠标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

$K$ ——氢氧化钠标准溶液对盐酸标准滴定溶液的体积比值；

$V_4$ ——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，单位为毫升（mL）；

$M$ ——硼的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol），数值为 10.81；

$m_0$ ——试料的质量，单位为克（g）。

按照 GB/T 8170 的规定进行数值修约，计算结果精确到小数点后两位。

## 9 允许差

实验室间的分析结果差值应不大于 0.40%

## 10 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

——试验对象；

——本文件编号；

——分析结果及其表示；

——与基本分析步骤的差异；

——观察到的异常现象；

——试验日期。