

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T ×××××—××××

无定形硼粉-总硼含量的测定

Amorphous boron powder-Determination of total boron content

(送审讨论稿)

××××—××—××发布

××××—××—××实施

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。

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：矿冶科技集团有限公司、北矿检测技术有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、湖北航天化学技术研究所、北矿新材科技有限公司、广东省科学院工业分析检测中心。

本文件主要起草人：。

无定形硼粉 总硼含量的测定

1 范围

本文件规定了电位滴定法测定无定形硼粉中总硼含量。

本文件适用于无定形硼粉中总硼含量的测定，测定范围 $B \geq 80.00\%$ （质量百分数）。

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的配制

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 9725 化学试剂 电位滴定法通则

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法提要

用硫酸、硝酸将硼粉试料溶解，转化为硼酸后，以氢氧化钠溶液作为滴定剂采用电位滴定装置对样品进行滴定。首先通过氢氧化钠将试液调整至pH 5.5，加入甘露醇，然后用氢氧化钠标准溶液滴定试液中的硼酸至滴定终点，根据终点确定氢氧化钠标准溶液消耗体积，从而计算出总硼含量。

5 试剂或材料

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 要求的实验室三级水及以上纯度的水。

5.1 氢氧化钠（分析纯）。

5.2 硫酸（ $\rho=1.84\text{ g/mL}$ ）。

5.3 硝酸（ $\rho=1.42\text{ g/mL}$ ）。

5.4 3 mol/L 氢氧化钠溶液：称取 120 g 氢氧化钠（5.1）于 1000 mL 烧杯中，加适量水溶解至澄清后定容至 1000 mL，然后转移至 1000 mL 试剂瓶内待用。

5.5 氢氧化钠标准溶液： $c(\text{NaOH})=0.1\text{ mol/L}$ ，按照标准 GB/T 601 配置。

5.6 邻苯二甲酸氢钾（分析纯）。

5.7 甘露醇（分析纯）。

6 仪器设备

- 6.1 电子天平：精度万分之一。
 6.2 电炉：使用温度 $\geq 250^{\circ}\text{C}$ 。
 6.3 电位滴定装置，含 pH 电极。

7 氢氧化钠标准溶液标定

- 7.1 氢氧化钠标准溶液的标定可按照标准 GB/T 601 进行，或按照下述要求进行。
 7.2 称取 0.1~0.5g 邻苯二甲酸氢钾（5.6），随后将所称取的邻苯二甲酸氢钾（5.6）加入一定体积没有二氧化碳的水内；
 7.3 用电位滴装置仪对氢氧化钠标准溶液（5.5）进行标定，滴定终点根据 GB/T 9725 确定，其中氢氧化钠标准溶液真实浓度 c 计算公式如（1）所示：

$$c = \frac{m_1}{M \cdot V \cdot 10^{-3}} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- c ——氢氧化钠标准溶液标定后真实浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；
 m_1 ——称取的邻苯二甲酸氢钾质量，单位为克（g）；
 M ——邻苯二甲酸氢钾的摩尔质量，单位为克每摩尔（204.22 g/mol）；
 V ——滴定样品溶液消耗的 0.1mol/L 氢氧化钠溶液的体积，单位为毫升（mL）；
 计算结果保留四位小数。

- 7.4 标定共进行三组平行试验，各次标定的结果与平均值的相对偏差不得大于 $\pm 0.5\%$ 。

8 试验步骤

8.1 试料

称取样品 0.1~0.2 g，精确至 0.0001 g。

8.2 空白试验

随同试料做空白试验。

8.3 测定

- 8.3.1 将试料（8.1）倒入锥形瓶中，向锥形瓶中加入 2 ml 水湿润样品，加入 7.5 mL 硫酸（5.2）和 2.5 mL 硝酸（5.3）（硫酸可稀释为 1+1），在锥形瓶瓶口处装好球形冷凝管并盖好塞子，尽量降低生成的红棕色气体外溢；
 8.3.2 将锥形瓶放在电炉上加热，保证电炉炉温 $\geq 250^{\circ}\text{C}$ ，加热到试液澄清，停止加热。溶样过程在通风环境内进行，实验装置示意图如图 1 所示；

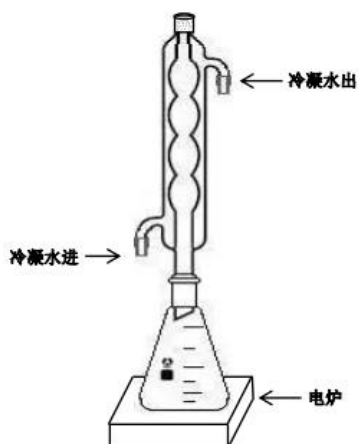


图 1 无定形硼粉溶样装置示意图

8.3.3 锥形瓶自然冷却至室温，待瓶内气体颜色变浅后取下锥形瓶，用适量水冲洗冷凝管顶部及接口处，洗液收集于锥形瓶内，并将锥形瓶内试液移入容量瓶中定容摇匀待用。

8.3.4 分取试液至滴定杯内，在滴定杯内进行过量酸滴定。用 3 mol/L 氢氧化钠溶液（5.4）将滴定杯内溶液滴定至 pH = 5.5，此时过量酸滴定结束，加入 3g 甘露醇（5.7）开始搅拌；

8.3.5 搅拌 2 min 后，再用氢氧化钠标准溶液（5.5）将滴定杯内溶液继续滴定至终点（以 pH = 9.1 或电极电位突跃点作为滴定终点，电极电位突跃点确定按照 GB/T 9725 执行）；

8.4 结果计算

总硼含量以硼的质量分数 w 计，按公式（2）计算：

$$w = \frac{(V_1 - V_0) / 1000 \times c \times M}{m \times (V_2 / V_3)} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：

V_1 ——滴定试料消耗的氢氧化钠标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_0 ——滴定空白消耗的氢氧化钠标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

c ——氢氧化钠标准溶液标定后真实浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

M ——硼的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

m ——试料质量，单位为克（g）；

V_2 ——分取体积，单位为毫升（mL）；

V_3 ——定容体积，单位为毫升（mL）；

计算结果保留两位小数。

9 精密度

9.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（ r ），超过重复性限（ r ）的情况不超过 5%，重复性限（ r ）按附录中表 A.1

的数据采用线性内插法求得：

表 1 重复性限

$W_{Co} / \%$	95.14	90.50	85.66
$r / \%$	0.77	0.88	0.70

9.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（R），超过再现性（R）的情况不超过 5%，再现性（R）按附录中表 A.1 的数据采用线性内插法求得：

表 2 再现性限

$W_{Co} / \%$	95.14	90.50	85.66
$R / \%$	0.86	1.19	0.79

10 试验报告

试验报告至少应包括下列内容：

- a) 试验对象；
- b) 分析日期；
- c) 分析结果及其表示；
- d) 与基本分析步骤的差异；
- e) 观察到的异常现象；
- f) 试验日期。

附录 A

(资料性)

精密度试验原始数据

精密度数据是在 2021 年由 6 家实验室对总硼含量的 3 个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的总硼含量在重复性条件下独立测定 7 次~9 次。测定的原始数据见表 A.1。

表 A.1 精密度试验原始数据 (w%)

实验室	样品 水平	测定次数								
		1	2	3	4	5	6	7	8	9
1	B001	95.12	95.18	95.30	95.38	94.92	95.38	95.19	94.97	95.34
	B002	90.76	90.83	90.99	91.05	90.68	91.14	90.87	90.69	91.03
	B003	85.59	85.72	85.68	85.79	85.90	85.49	85.69	85.80	85.40
2	B001	95.22	95.07	95.45	95.17	94.99	94.81	95.41	95.13	95.27
	B002	90.82	90.99	90.35	90.98	90.42	90.38	90.22	90.15	90.44
	B003	85.54	85.64	84.93	85.34	85.22	85.43	85.42	85.15	85.42
3	B001	95.93	94.90	95.45	95.23	95.27	95.28	95.63	95.09	95.09
	B002	90.07	90.41	90.50	91.35	90.70	91.09	91.07	90.79	90.53
	B003	85.69	85.71	85.00	84.99	84.96	85.34	85.47	84.89	85.64
4	B001	94.20	94.64	94.64	94.89	95.07	95.19	94.62	95.22	95.40
	B002	89.60	89.85	89.58	—	—	—	—	—	—
	B003	85.68	84.85	84.94	86.44	86.29	85.28	85.31	—	—
5	B001	95.35	95.18	94.93	95.28	95.26	95.39	95.58	94.99	95.28
	B002	90.65	90.37	90.89	90.86	90.91	90.38	90.40	90.39	90.42
	B003	85.39	85.22	85.43	85.39	85.84	85.58	85.69	85.47	85.66
6	B001	94.88	94.97	95.36	95.27	95.05	94.95	94.76	—	—
	B002	90.49	90.58	90.27	91.02	91.06	90.38	90.28	—	—
	B003	85.31	85.70	85.46	85.59	85.15	85.20	85.33	—	—