YS

ICS 77.120.99

CCS H 14

中华人民共和国工业和信息化部 发布

202×-××-××实施

202×-××-××发布

镍基合金粉化学分析方法

第1部分：硼量的测定

酸碱滴定法

Methods for chemical analysis of nickel base alloy powder—

Part 1：Determination of boron content—

Acid-base titration

（讨论稿）

YS/T XXXX.1—202X

中华人民共和国有色金属行业标准

1. 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 XXXX《镍基合金粉化学分析方法》的第1部分。 YS/T XXXX已经发布了以下部分：

——第1部分：硼含量的测定 酸碱法；

——第2部分：

——第3部分：

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：国标（北京）检验认证有限公司、

本文件主要起草人：李凤艳、李甜、张宇鑫、胡璇、苗歆悦

引 言

镍基合金粉

YS/T XXXX旨在通过实验研究建立一整套切实可行的镍基合金粉化学分析方法标准，拟由以下部分组成。

——第1部分：硼含量的测定 酸碱法；

——第2部分：

——第3部分：

本文件的制定为镍基合金粉中硼含量的测定提供了重要依据，填补了国内外空白，对于提高检测结果的可靠性和可比性、把控并提高产品质量、扩大应用领域、助力钨基高比重合金产业化发展具有十分重要的作用。

镍基合金化学分析方法

第1部分：硼含量的测定

酸碱滴定法

警示—使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了镍基合金粉中硼含量的测定方法。

本文件适用于镍基合金粉中硼含量的测定。测定范围为1%～20%。

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

GB/T 17433界定的术语和定义适用于本文件。

4 原理

试料用过氧化钠熔础，盐酸酸化，亚硫酸钠还原，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。用甘露醇与硼酸络合。定量释放出H+，用氢氧化钠标准溶液滴定。

5 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

* 1. 过氧化钠。
  2. 亚硫酸钠。
  3. 氢氧化钠。
  4. 碳酸钡（钙）。
  5. 甘露醇。
  6. 盐酸（p1.19 g/mL)。
  7. 盐酸（1+20）。
  8. 氢氧化钠标准滴定溶液[c(NaOH)≈0.05 mol/L]。
     1. 配制：称取2g氢氧化钠于1000 mL烧杯中，加10mL氯化钡溶液（100 g/L），煮沸1min~2 min，以水稀释至1000mL，混匀，静置，移取上清液至塑料瓶中贮存。
     2. 标定：称取3份0.3000g预先经105℃C~110℃烘1h并置于干燥器中冷却至室温的苯二甲酸氢钾基准试剂，分别置于3个250 mL锥形瓶中，加50mL水溶解，加（2~3）滴酚酞指示剂(3.11），用氢氧化钠标准滴定溶液（3.8）滴定至溶液刚呈稳定的微红色为终点。3份溶液所消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积相差值应不超过0.05mL，取其平均值。

按公式（1）计算氢氧化钠标准滴定溶液(3.8）的实际浓度：

式中：

C0——氢氧化钠标准溶液的实际浓度，单位为摩尔每升（mol/L)；

M0——苯二甲酸氢钾的质量，单位为克（g)；

V0——滴定所消耗氢氧化钠标准滴定溶液的平均体积，单位为毫升（mL）；

204.2——苯二甲酸氢钾的摩尔质量，单位为克每库尔（g/mol)。

* 1. 盐酸标准滴定溶液[c(HCI)≈0.05 mol/L]。
     1. 配制：移取4.2 mL 盐酸(3.6)于1000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。
     2. 标定：移取3份 25.00 mL 盐酸标准滴定溶液（3.9)分别置于3个250 mL 锥形瓶中，加50 mL水，加（2~3）滴酚酞指示剂（3.11），用氢氧化钠标准滴定溶液（3.8）滴定至溶液刚呈稳定的微红色为终点。3份溶液所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积的相差值应不超过0.05 mL，取其平均值。

按公式(2）计算盐酸标准滴定溶液(3.9）的实际浓度：

式中：

C1——盐酸标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

C0——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升(mol/L)

V1——滴定所消耗氢氧化钠标准滴定溶液的平均体积，单位为毫升(mL)；

V2——移取盐酸标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）。

* 1. 甲基红指示剂（1g/L)：称取0.1g甲基红于150mL烧杯中，加100mL乙醇溶液（1+4）溶解。
  2. 酚酞指示剂(5g/L）：称取0.5g酚酞于150mL烧杯中，加100mL乙醇溶解。
  3. 溴甲酚绿指示剂(1g/L）：称取0.1g溴甲酚绿于150 mL烧杯中，加100mL乙醇溶液（1+4)溶解。

6 样品

样品为厚度不大于1 mm的碎屑。

7 试验步骤

* 1. 试料

称取0.50g试样，精确至0.0001g。

* 1. 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

* 1. 空白试验

随同试料做空白试验。

* 1. 测定
     1. 将试料（4.1）置于预先放入1g氢氧化钠(3.3）的镍坩埚中，加4g过氧化钠（3.1）用细金属丝搅匀，上面覆盖约1g过氧化钠（3.1)，在700℃马弗炉中熔融5min~10 min.稍冷，置于250 mL聚四氟乙烯烧杯中，用沸水浸出，洗净坩埚，加20 mL盐酸(3.6），分批加人5g亚硫酸钠（3.2），摇动至铬全部被还原。将溶液倾入盛有8g氢氧化钠（3.3）的250mL聚四氟乙烯烧杯中，充分摇动，待反应完全后冷却，移入250mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。
     2. 移取100mL上清液(4.4.1）于400mL聚四氟乙烯烧杯中，加4滴甲基红指示剂（3.10），用盐酸(3.6）调至红色并过量2mL，加入4g碳酸钡（钙）（3.4），煮沸至溶液呈黄色，继续低温蒸发至体积约50mL，冷却。将溶液过滤到300 mL锥形瓶中，用热水洗滤纸和杯壁数次。
     3. 用盐酸（3.7）调至溶液刚变为红色，加2滴溴甲酚绿指示剂(3.12），用氢氧化钠标准滴定溶液（3.8滴定至溶液刚呈亮绿色，不计所消耗的氢氧化钠标准溶液的体积。
     4. 加人3g甘露醇（3.5)搅拌至其溶解，加入4滴酚酞指示剂（3.11），用氢氧化钠标准滴定溶液（3.8）滴定至溶液呈紫色，再加1g甘露醇，搅拌溶解，溶液的紫色不褪时再补加10.00mL氢氧化钠标准滴定溶液（3.8）并读取体积(Vs）。
     5. 用盐酸标准滴定溶液（3.9）仔细滴定至溶液刚呈亮绿色为终点，读取体积（V.）。称取0.20 g的样品（7），精确至0.0001 g。

8 试验数据处理

硼含量以硼的质量分数*w*计，按公式（3）计算：

式中：

c0-氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升(mol/L）；

c1-盐酸标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升(mol/L）；

V3-滴定试料溶液所消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL)；

V4-返滴定试料溶液所消耗盐酸标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL)；

V5-随同试料的空白溶液所消耗氢氧化钠标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V6-返滴定随同试料的空白溶液所消耗盐酸标准溶液的体积，单位为毫升(mL)；

K-上清液分取比例；

10.81-硼的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol)；

m0-试料的质量，单位为克（g）。

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，在表1给出的平均值范围内，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*）按表1数据采用线性内插法或外延法求得。精密度试验原始数据参见附录A。

表1 重复性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*/% |  |  |  |  |
| *r*/% |  |  |  |  |

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，在表2给出的平均值范围内，两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（*R*），超过再现性限（*R*）的情况不超过5%，再现性限（*R*）按表2数据采用线性内插法或外延法求得。精密度试验原始数据参见附录A。

表2再现性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *w* /% |  |  |  |  |
| *R*/% |  |  |  |  |

10 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

a）样品；

b）使用的标准（包括发布或出版年号）；

c）分析结果及其表示；

d）与基本分析步骤的差异；

e）测定中观察到的异常现象；

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2022年由7家实验室对钨含量的4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钨含量在重复性条件下独立测定。测定的原始数据见表A.1。

表A.1 精密度试验原始数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室 | 样品水平 | 测定次数 | | | | | | | | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
| 1 | 1# | 89.69 | 89.74 | 89.89 | 89.88 | 89.68 | 90.09 | 89.73 | 89.77 | 89.67 | 89.93 | 89.72 |
| 2# | 92.59 | 92.43 | 92.38 | 92.74 | 92.66 | 92.36 | 92.42 | 92.58 | 92.79 | 92.53 | 92.47 |
| 3# | 94.78 | 94.59 | 94.52 | 94.85 | 94.94 | 94.81 | 94.93 | 94.89 | 94.72 | 94.66 | 94.98 |
| 4# | 96.62 | 96.89 | 96.93 | 97.11 | 97.14 | 96.97 | 97.14 | 96.92 | 96.77 | 97.12 | 96.77 |
| 2 | 1# | 89.48 | 89.64 | 89.51 | 89.69 | 89.84 | 90.09 | 89.79 | 89.57 | 89.75 | 89.87 | 90.06 |
| 2# | 92.58 | 92.81 | 92.55 | 92.64 | 92.48 | 92.44 | 92.78 | 92.91 | 92.85 | 92.59 | 92.68 |
| 3# | 94.69 | 94.61 | 94.76 | 94.88 | 94.82 | 94.76 | 94.69 | 94.68 | 94.52 | 94.48 | 94.36 |
| 4# | 96.54 | 96.68 | 97.04 | 97.09 | 97.14 | 96.85 | 96.87 | 96.91 | 96.78 | 96.68 | 97.03 |
| 3 | 1# | 89.77 | 89.85 | 90.01 | 89.98 | 89.85 | 89.77 | 89.91 | 89.90 | 89.98 | 89.80 | 89.76 |
| 2# | 92.42 | 92.34 | 92.57 | 92.67 | 92.65 | 92.55 | 92.68 | 92.74 | 92.59 | 92.42 | 92.48 |
| 3# | 94.73 | 94.94 | 94.67 | 94.63 | 94.46 | 94.47 | 94.56 | 94.73 | 94.57 | 94.50 | 94.38 |
| 4# | 96.62 | 96.77 | 96.57 | 96.79 | 96.74 | 97.04 | 96.87 | 96.73 | 96.93 | 96.98 | 97.00 |
| 4 | 1# | 90.01 | 90.25 | 89.86 | 90.26 | 90.22 | 89.96 | 89.92 | 90.38 | 90.15 | 90.18 | 89.82 |
| 2# | 93.06 | 92.85 | 92.92 | 92.79 | 92.83 | 92.86 | 92.96 | 92.75 | 92.69 | 93.10 | 92.85 |
| 3# | 95.36 | 95.49 | 95.02 | 95.43 | 95.43 | 95.37 | 95.10 | 95.08 | 95.24 | 95.32 | 95.10 |
| 4# | 97.01 | 96.77 | 97.17 | 97.15 | 97.19 | 96.87 | 97.08 | 96.96 | 96.88 | 97.08 | 97.14 |
| 5 | 1# | 89.75 | 89.69 | 89.87 | 90.03 | 89.78 | 90.01 | 89.85 | 89.74 | 89.65 | 89.97 | 89.74 |
| 2# | 92.55 | 92.40 | 92.63 | 92.74 | 92.45 | 92.33 | 92.53 | 92.57 | 92.72 | 92.48 | 92.43 |
| 3# | 94.77 | 94.56 | 94.68 | 94.91 | 94.86 | 94.80 | 94.91 | 94.85 | 94.78 | 94.96 | 94.65 |
| 4# | 96.68 | 96.79 | 96.91 | 97.04 | 97.11 | 96.95 | 97.08 | 96.87 | 96.75 | 97.09 | 96.86 |
| 6 | 1# | 89.34 | 89.48 | 89.57 | 89.67 | 89.05 | 89.63 | 89.86 | 89.25 | 89.51 | 89.62 | 89.49 |
| 2# | 92.46 | 92.25 | 92.42 | 92.05 | 92.71 | 92.35 | 92.65 | 92.94 | 92.75 | 92.45 | 92.63 |
| 3# | 93.99 | 94.35 | 94.21 | 94.46 | 94.31 | 94.74 | 94.23 | 94.54 | 94.94 | 94.74 | 94.45 |
| 4# | 95.87 | 96.27 | 96.46 | 96.51 | 96.22 | 96.40 | 96.24 | 96.02 | 96.69 | 96.07 | 96.88 |
| 7 | 1# | 90.13 | 90.02 | 90.15 | 90.23 | 90.07 | 89.68 | 89.84 | 90.28 | 89.77 | 90.11 | 90.23 |
| 2# | 92.35 | 92.01 | 92.14 | 92.22 | 92.44 | 92.55 | 91.99 | 92.01 | 92.58 | 92.59 | 92.36 |
| 3# | 95.35 | 95.11 | 95.06 | 95.16 | 95.29 | 94.77 | 95.05 | 95.12 | 95.24 | 94.77 | 94.79 |
| 4# | 97.19 | 97.28 | 97.15 | 96.80 | 96.88 | 96.74 | 97.01 | 97.33 | 96.76 | 97.24 | 97.19 |

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_