

中华人民共和国国家标准

海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 次甲基蓝萃取分光光度法测定硼量

GB/T 4698.6—1996

代替 GB 4698.6—84

Sponge titanium, titanium and titanium
alloys—Determination of boron content—Extraction—methylene
blue spectrophotometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了钛及不含钼的钛合金中硼量的测定方法。

本标准适用于钛及不含钼的钛合金中硼量的测定。测定范围：0.002%~0.10%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 7729 冶金产品化学分析 分光光度法通则

3 方法原理

试料用氢氟酸溶解，过氧化氢将钛(Ⅲ)氧化。在酸性溶液中硼与氢氟酸形成氟硼酸络离子，再与次甲基蓝生成绿色络合物，用1,2-二氯乙烷萃取，于分光光度计波长660 nm处测量其吸光度。

4 试剂

4.1 金属钛(B<0.0002%)。

4.2 1,2-二氯乙烷。

4.3 过氧化氢(ρ 1.10 g/ml)。

4.4 氢氟酸(5+3)，贮存于聚乙烯瓶中。

4.5 硫酸：将200 ml硫酸(ρ 1.84 g/ml，优级纯)注入铂皿中，加入约10 ml氢氟酸(ρ 1.15 g/ml)用铂棒搅匀，加热蒸发至冒硫酸烟30 min，冷却。贮存于石英瓶中。

4.6 硫酸(1+28)：用硫酸(4.5)配制，贮存于石英瓶中。

4.7 高锰酸钾溶液(15 g/L)。

4.8 硫酸亚铁铵溶液：称取20 g硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 置于150 ml烧杯中，加入100 ml水使其溶解，加入10滴硫酸(4.5)，移入500 ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

4.9 次甲基蓝溶液：称取0.37 g次甲基蓝，置于500 ml烧杯中，加入400 ml水，温热溶解，移入1000 ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。贮存于聚乙烯瓶中。

4.10 硼标准贮存溶液：称取5.720 g硼酸(优级纯)于250 ml烧杯中，加入200 ml水，微热使其溶解，移入1000 ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含1.0 mg硼。

4.11 硼标准溶液：移取10.00 ml硼标准贮存溶液(4.10)于1000 ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混

国家技术监督局1996-11-04批准

1997-04-01实施

匀。此溶液 1 ml 含 10 μg 硼。

5 仪器

5.1 聚乙烯瓶(100 ml, 瓶颈直径约为 2 cm, 经重量法校正过其容积)。

5.2 聚乙烯移液管(10 ml, 经重量法校正过其容积)。

5.3 分光光度计。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样, 精确至 0.000 1 g。

表 1

硼含量, %	试料量, g
0.002~0.005	2.000
>0.005~0.010	1.000
>0.010~0.020	0.500 0
>0.020~0.050	0.200 0
>0.050~0.100	0.100 0

6.2 空白试验

称取与试料量(6.1)相同或与钛合金试料(6.1)中钛量相同的金属钛(4.1), 置于 100 ml 聚乙烯瓶中, 以下按 6.3.2 条进行, 待用。

6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 100 ml 聚乙烯瓶(5.1)中。

6.3.2 加入 30~40 ml 水、10 ml 氢氟酸(4.4), 待试料完全溶解后, 滴加过氧化氢(4.3)至溶液清亮, 用水稀释至刻度, 混匀。

6.3.3 用聚乙烯管(5.2)移取 10.00 ml 溶液于 250 ml 聚乙烯瓶中。

6.3.4 加入 10 ml 水、10 ml 硫酸(4.6), 混匀, 放置 1~1.5 h。

6.3.5 加入 25 ml 水、10 ml 次甲基蓝溶液(4.9)[试液中如含钒大于 4 mg 时, 应在加入次甲基蓝之前滴加高锰酸钾溶液(4.7)至溶液呈稳定红色, 再加入 2 ml 硫酸亚铁铵溶液(4.8), 以消除钒的影响]、25 ml 1,2-二氯乙烷(4.2), 振荡 2 min, 静置分层, 弃去水相。

6.3.6 用干燥的移液管移取 2.00 ml 有机相于 25 ml 干燥过的比色管中, 加入 8.00 ml 1,2-二氯乙烷(4.2), 混匀。

6.3.7 将部分有机相移入 1 cm 比色皿中, 以 1,2-二氯乙烷(4.2)为参比, 于分光光度计波长 660 nm 处测量其吸光度。

6.3.8 减去标准系列中零浓度溶液的吸光度, 从工作曲线上查得相应的硼量。

6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 移取 0, 0.10, 0.30, 0.50, 0.70, 1.00 ml 硼标准溶液(4.11)于一组 250 ml 聚乙烯瓶中, 用聚乙烯移液管(5.2)分别加入 10 ml 空白试验溶液(6.2), 以下按 6.3.4~6.3.7 条进行。

6.4.2 减去标准系列中零浓度溶液的吸光度, 以硼量为横坐标, 吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线。

7 分析结果的计算与表述

按下式计算硼的百分含量：

$$B(\%) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100$$

式中： m_1 ——自工作曲线上查得的硼量， μg ；

V_0 ——试液的总体积，ml；

V_1 ——分取试液的体积，ml；

m_0 ——试料的质量，g。

8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

%

硼含量	允许差
0.002~0.005	0.001
>0.005~0.020	0.002
>0.020~0.050	0.005
>0.050~0.10	0.01

附加说明：

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由西北有色金属研究院负责起草。

本标准由西北有色金属研究院起草。

本标准主要起草人安宝兰、何玉琴。