

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 539.1—2009
代替 YS/T 539.1—2006

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

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

YS/T 539《镍基合金粉化学分析方法》共分为 13 个部分：

- 第 1 部分：硼量的测定 酸碱滴定法；
- 第 2 部分：铝量的测定 铬天青 S 分光光度法；
- 第 3 部分：硅量的测定 高氯酸脱水称量法；
- 第 4 部分：铬量的测定 过硫酸铵氧化滴定法；
- 第 5 部分：锰量的测定 高碘酸钠(钾)氧化分光光度法；
- 第 6 部分：铁量的测定 三氯化钛-重铬酸钾滴定法；
- 第 7 部分：钴量的测定 亚硝基 R 盐分光光度法；
- 第 8 部分：铜量的测定 新亚铜灵-三氯甲烷萃取分光光度法；
- 第 9 部分：铜量的测定 硫代硫酸钠碘量法；
- 第 10 部分：钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法；
- 第 11 部分：钨量的测定 辛可宁称量法；
- 第 12 部分：磷量的测定 正丁醇-三氯甲烷萃取分光光度法；
- 第 13 部分：氧量的测定 脉冲加热惰气熔融-红外线吸收法。

本部分是 YS/T 539 的第 1 部分。

本部分代替 YS/T 539.1—2006《镍基合金粉化学分析方法 中和滴定法测定硼量》。

本部分与 YS/T 539.1—2006 相比较主要变化如下：

- 增加了前言；
- 补充了重复性限。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位：北京有色金属研究总院、西安锐坚金属有限责任公司。

本部分起草单位：北京有色金属研究总院、钢铁研究总院。

本部分主要起草人：杨萍、陈云红、麻三清。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 8638.1—1988；
- YS/T 539.1—2006。

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

1 范围

YS/T 539 的本部分规定了镍基合金粉中硼含量的测定方法。

本部分适用于不含钨、钼的镍基合金粉中硼量的测定,测定范围:1%~6%。

2 方法提要

试料用过氧化钠熔融,盐酸酸化,亚硫酸钠还原铬,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。

3 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。

3.1 过氧化钠。

3.2 亚硫酸钠。

3.3 氢氧化钠。

3.4 碳酸钡(钙)。

3.5 甘露醇。

3.6 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.7 盐酸(1+20)。

3.8 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) \approx 0.05 \text{ mol/L}$]。

3.8.1 配制:称取 2 g 氢氧化钠于 1 000 mL 烧杯中,加 10 mL 氯化钡溶液(100 g/L),煮沸 1 min~2 min,以水稀释至 1 000 mL,混匀,静置,移取上清液至塑料瓶中贮存。

3.8.2 标定:称取 3 份 0.300 0 g 预先经 105 °C~110 °C 烘 1 h 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 50 mL 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 0.05 mL,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:

$$c_0 = \frac{m_0 \times 10^3}{V_0 \times 204.2} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c_0 ——氢氧化钠标准溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m_0 ——苯二甲酸氢钾的质量,单位为克(g);

V_0 ——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,单位为克每摩尔(g/mol)。

3.9 盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl}) \approx 0.05 \text{ mol/L}$]。

3.9.1 配制:移取 4.2 mL 盐酸(3.6)于 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

3.9.2 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