

XB

中华人民共和国稀土行业标准

XB/T 601.1—2008
代替 XB/T 601.1—1993

六硼化镧化学分析方法 硼量的测定 酸碱滴定法

**Chemical analysis methods of lanthanum boride—
Determination of boron content—
Acid alkali titration method**

2008-02-01 发布

2008-07-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准分为以下 5 个部分：

XB/T 601.1—2008 六硼化镧化学分析方法 硼量的测定 酸碱滴定法

XB/T 601.2—2008 六硼化镧化学分析方法 铁、钙、镁、铬、锰、铜量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

XB/T 601.3—2008 六硼化镧化学分析方法 钨量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

XB/T 601.4—2008 六硼化镧化学分析方法 碳量的测定 高频感应燃烧红外线吸收法

XB/T 601.5—2008 六硼化镧化学分析方法 酸溶硅量的测定 硅钼蓝分光光度法

本部分为第 1 部分。本部分是对 XB/T 601.1—1993《六硼化镧化学分析方法 酸碱滴定法 测定硼量》的修订。与 XB/T 601.1—1993 相比主要变化如下：

——对标准文本进行了编辑性修改；

——增加了精密度(重复性)条款。

本部分由全国稀土标准化技术委员会提出并归口。

本部分由湖南稀土金属材料研究院负责起草。

本部分由包头稀土研究院、北京有色金属研究总院参加起草。

本部分主要起草人：杨卫平、刘荣丽、翁国庆。

本部分参加起草人：高励珍、王东杰、郝茜、陈云红、杨萍。

本标准所代替的历次标准版本发布情况为：

——XB/T 601.1—1993。

六硼化镧化学分析方法

硼量的测定 酸碱滴定法

1 范围

本部分规定了六硼化镧中硼含量的测定方法。

本部分适用于六硼化镧中硼含量的测定,测定范围:20.00%~40.00%。

2 方法原理

试样用稀硝酸溶解,以乙二胺四乙酸二钠盐络合镧,用氢氧化钠调至溶液呈中性,加入甘露醇使其与硼酸络合。定量释放出氢离子,加入过量氢氧化钠标准溶液,用盐酸返滴定,根据盐酸和氢氧化钠标准溶液消耗量计算硼的质量分数。

3 试剂

3.1 甘露醇。

3.2 硝酸(1+3)。

3.3 盐酸(1+3)。

3.4 氢氧化钠溶液(200 g/L)。

3.5 六次甲基四胺(400 g/L)。

3.6 乙二胺四乙酸二钠溶液[$c(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8) \approx 0.015 \text{ mol/L}$]:称取 9.3 g 乙二胺四乙酸二钠试剂($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)于 400 mL 烧杯中,加 200 mL 水、数滴氢氧化钠溶液(3.4),加热溶解,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

3.7 氯化钡(100 g/L)。

3.8 氢氧化钠标准溶液[$c(\text{NaOH}) \approx 0.15 \text{ mol/L}$]。

3.8.1 配制:称取 6 g 氢氧化钠于 1 000 mL 烧杯中,加 10 mL 氯化钡溶液(3.7),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℃~110℃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 250 mL 锥形瓶中,加 20 mL 乙醇溶解,加 50 mL 经煮沸驱除 CO_2 的水,2 滴~3 滴酚酞指示剂(3.12),用氢氧化钠标准溶液(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溶液的体积相差值应不超过 0.05 mL,取其平均值。

按式(1)计算氢氧化钠标准溶液(3.8)的实际浓度:

$$c_0 = \frac{m}{V \times 204.2} \times 10^{-3} \quad \dots\dots\dots (1)$$

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 ——苯二甲酸氢钾的质量,单位为克(g);

V ——滴定所消耗氢氧化钠标准溶液的平均体积,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 盐酸标准溶液[$c(\text{HCl}) \approx 0.1 \text{ mol/L}$]。

3.9.1 配制:移取 25 mL 盐酸(3.3)于 100 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 盐酸标准溶液(3.9)分别置于 250 mL 锥形瓶中,加 50 mL 经煮沸驱