

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2956.2~2956.8—2001

---

### 硼镁矿石分析方法

Analytical methods for ascharite ores

2002-01-24 发布

2002-07-01 实施

---

国家经济贸易委员会 发布

备案号:10100—2002

HG/T 2956.3—2001

## 前 言

本标准是由推荐性化工行业标准 HG/T 2956.3—1982《硼镁矿石中三氧化二硼含量的分析方法》修订而成。

本标准的附录 A、附录 B 为标准的附录。

本标准自实施之日起,同时代替 HG/T 2956.3—1982。

本标准由原国家石油和化学工业局政策法规司提出。

本标准由化学工业化学矿标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位:化工部连云港设计研究院。

本标准主要起草人:王和平、张晓梅。

本标准于 1966 年首次发布为化工部部颁标准 HG 1—352—66《硼镁矿石统一分析方法》;1982 年发布为国家标准 GB 3447.3—82《硼镁矿石中三氧化二硼含量的分析方法》;1997 年调整为推荐性化工行业标准,原国家标准 GB 3447.3—82 废止,重新编号为 HG/T 2956.3—1982。

# 中华人民共和国化工行业标准

## 硼镁矿石中三氧化二硼含量的 测定 容量法

Ascharite ores—Determination of boric anhydride  
content—Volumetric method

HG/T 2956.3—2001

代替 HG/T 2956.3—1982

### 1 范围

本标准规定了容量法测定三氧化二硼含量。

本标准适用于硼镁矿石产品中三氧化二硼含量的测定。

### 2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3692:1987)

### 3 方法提要

试样用盐酸溶解,用碳酸钙分离干扰物质,加入甘露醇或转化糖作硼酸的强化剂,以酚酞为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

### 4 试剂和溶液

本标准所用水的规格应符合 GB/T 6682 中三级水;所列试剂,除特殊规定外,均指分析纯试剂。

4.1 盐酸溶液:1+1。

4.2 盐酸溶液:1+9。

4.3 过氧化氢(30%)溶液:1+9。

4.4 碳酸钙。

4.5 甘露醇:中性。

称取 5.0 g 甘露醇,溶解于 50 mL 不含二氧化碳的水中,以酚酞为指示剂,用氢氧化钠溶液 [ $c(\text{NaOH})=0.02 \text{ mol/L}$ ] 中和时,其用量应不大于 0.30 mL。

4.6 硝酸银溶液:10 g/L。

称取 1 g 硝酸银溶于水中,加(1+1)硝酸溶液 5 mL,用水稀释至 100 mL,存放于棕色瓶中。

4.7 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.05 \text{ mol/L}$ 。

配制与标定按 GB/T 601 执行。

4.8 溴甲酚绿-甲基红混合指示液。

称取 0.08 g 溴甲酚绿、0.05 g 甲基红溶于乙醇并稀释至 100 mL。

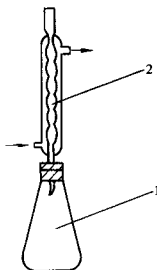
4.9 酚酞指示液:10 g/L 乙醇溶液。

国家经济贸易委员会 2002-01-24 批准

2002-07-01 实施

## 5 仪器、设备

测硼分解装置,如图1。



1—锥形瓶(500mL,内接磨口塞);

2—回流球形冷凝管(冷凝部分总长300mm,外接磨口塞)

图1 测硼分解装置图

## 6 试样

试样通过 125  $\mu\text{m}$  试验筛(GB/T 6003.1),于 105~110 $^{\circ}\text{C}$  干燥 2 h 以上,置于干燥器中冷却至室温。

## 7 分析步骤

7.1 称取 0.1~0.3 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于锥形瓶中。

7.2 装上回流冷凝管,加入 15 mL 盐酸溶液(4.1),在低温电炉上微沸 30 min。稍冷后加入 5 mL 过氧化氢溶液,用水冲洗回流冷凝管,摇匀,煮沸并使过量的过氧化氢分解完全。冷却,用水冲洗回流冷凝管和磨口连接处,取下锥形瓶,用水稀释至约 60 mL。

7.3 在不断摇动下,分次少量加入碳酸钙,直至无二氧化碳气泡发生,再加少许,用水冲洗瓶壁。加热微沸 2 min,趁热用快速滤纸过滤,以 500 mL 锥形瓶承接滤液,用热水洗涤沉淀,直至滤液中无氯离子为止(用硝酸银溶液检查)。于滤液中加入 8 滴溴甲酚绿-甲基红指示液,滴加盐酸溶液(4.2)至溶液变红,并过量 1~2 滴,加热煮沸,赶尽二氧化碳。

7.4 待溶液冷却后,以氢氧化钠标准滴定溶液中和至溶液呈暗红色(pH 应为 5.1),此为滴定起点,加入 10 滴酚酞指示液,2 g 甘露醇,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液由绿色变为灰色。再加 0.5 g 甘露醇,如果变为绿色,继续滴定至灰色,反复此操作,直至加入甘露醇后灰色 30 s 不消退为终点。

7.5 与试样测定同时做空白试验。

注:

1 生产厂的日常分析等,可用 15 mL 转化糖溶液代替甘露醇,滴定至绿色变为灰色后,再加 5 mL 直至灰色 30 s 不消退。但出厂检验和仲裁分析必须采用甘露醇试剂。转化糖溶液的制备见附录 A。

2 三氧化二物含量大于 25% 的试样,须用离子交换法分离,操作步骤见附录 B。

## 8 分析结果的表述

以质量百分数表示的三氧化二硼( $\text{B}_2\text{O}_3$ )含量(X)按式(1)计算:

$$X = \frac{c(V - V_0) \times 0.03481}{m} \times 100 \quad (1)$$

式中:  $c$ ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

$V$ ——氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

$V_0$ ——空白试验氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

$m$ ——试样的质量, g;

0.034 81——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [ $c(\text{NaOH})=1.000 \text{ mol/L}$ ] 相当的以克表示的三氧化二硼的质量。

## 9 允许差

取平行分析结果的算术平均值为最终分析结果。

同一实验室平行分析结果的绝对差值不大于 0.25%。

不同实验室分析结果的绝对差值不大于 0.35%。

## 附 录 A

(标准的附录)

### 转化糖溶液的制备

#### A1 试剂和溶液

A1.1 蔗糖或白砂糖。

A1.2 活性炭。

A1.3 盐酸溶液： $c(\text{HCl})=0.5\text{ mol/L}$ 。

A1.4 氢氧化钠溶液： $c(\text{NaOH})=0.5\text{ mol/L}$ 。

A1.5 氢氧化钠溶液： $c(\text{NaOH})=0.05\text{ mol/L}$ 。

A1.6 酚酞指示液：10 g/L 乙醇溶液。

#### A2 制备步骤

称取 500 g 蔗糖或白砂糖，置于 1 000 mL 烧杯中，加入 350 mL 水，在不断搅拌下加热使全部溶解，加热至沸腾后，停止加热。在搅拌下冷却至 90℃，加入 25 mL 盐酸溶液，继续搅拌 3~4 min，加入 25 mL 氢氧化钠溶液(A1.4)和适量的活性炭，在 80℃ 的水浴上放置 20 min 以上，脱掉溶液的颜色，过滤。滤液用不含二氧化碳的水稀释至 750 mL。

使用前先以酚酞为指示剂，用氢氧化钠溶液(A1.5)滴定至粉红色出现(pH 应为 8.5)。

存放转化糖的容器应预先进行消毒，以防转化糖变质。

## 附录 B

(标准的附录)

## 离子交换法的分析步骤

## B1 试剂和溶液

- B1.1 阳离子交换树脂:732 苯乙烯型强酸性阳离子交换树脂。  
 B1.2 盐酸溶液:1+1。  
 B1.3 盐酸溶液:1+4。  
 B1.4 盐酸溶液:1+9。  
 B1.5 氢氧化钠溶液:200 g/L。  
 B1.6 硫氰酸钾溶液:100 g/L。  
 B1.7 溴甲酚绿-甲基红混合指示液:同本标准 4.8。

## B2 仪器

离子交换柱:如图 B1,内径 18 mm。

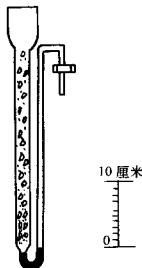


图 B1 离子交换柱

## B3 离子交换柱的制备

将 30 g 粒度为 0.3~1 mm 的阳离子交换树脂置于烧杯中,加入 200 mL 盐酸溶液(B1.3),放置过夜。次日将阳离子交换树脂移入柱底填有玻璃丝的交换柱中。用盐酸溶液(B1.3)以每分钟 5 mL 的流速淋洗交换柱,直至流出液无铁离子为止(用硫氰酸钾溶液检查)。树脂再生同此操作。

## B4 分析步骤

称取 1 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 烧杯中,用 20 mL 盐酸溶液(B1.2)溶解后,全部移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。干滤,弃去 10~15 mL 最初滤液。移取 25 mL 滤液置于交换柱中,以每分钟 5~10 mL 的流速进行交换。弃去 25 mL 最初流出液,用 250 mL 量筒承接,以同样流速用水淋洗交换柱,待流出液体积达 150 mL,移入 500 mL 锥形瓶,加入 8 滴溴甲酚绿-甲基红指示液,用氢氧化钠溶液中和,然后用盐酸溶液(B1.4)调节溶液至红色出现,并过量 1~2 滴,加热煮沸,赶尽二氧化碳,以下按本标准 7.4 进行。

同时做空白试验。