

DB37

山 东 省 地 方 标 准

DB37/T 2424—2013

玻璃纤维工业用硼矿石三氧化二硼含量测定方法

2013-10-22 发布

2013-11-20 实施

山东省质量技术监督局 发 布

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准由山东省质量技术监督局提出。

本标准起草单位：泰安市产品质量监督检验所、泰山玻璃纤维股份有限公司、山东省玻璃纤维及石膏制品质量监督检验中心、山东省电磁线及机械产品再制造质量监督检验中心。

本标准主要起草人：刘瑜、王丽华、卢正杰、郭纪泉、孟强、韩刚、郝文秀、郭鹏、赵明。

玻璃纤维工业用硼矿石三氧化二硼含量测定方法

1 范围

本标准规定了玻璃纤维工业用硼矿石中三氧化二硼含量的测定方法。

本标准适用于玻璃纤维工业用硼矿石中三氧化二硼含量的测定,其他工业用硼矿石中三氧化二硼含量测定可参照本方法。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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 1549—2008 纤维玻璃化学分析方法

3 一般规定

3.1 分析天平应精确至 0.0001 g;天平与砝码应定期进行检定。

3.2 “恒重”系指连续两次称重之差不大于 0.0002 g。

3.3 分析试样应于 105℃~110℃烘箱中烘干至恒重,在干燥器中冷却至室温后称量。

3.4 试验用水与试剂应符合下列要求:

- a) 试验用水应为蒸馏水或去离子水;
- b) 所用试剂应为分析纯或优级纯;
- c) 用于标定的试剂除另有说明外,应为基准试剂。

3.5 标准溶液应定期标定;在进行滴定时应作空白试验。

4 试样制备

硼矿石经清洗、烘干、砸碎、缩分、研磨至通过80 μm孔径筛,贮于称量瓶中备用。制备过程应避免引入杂质。

5 测定方法

5.1 方法提要

硼矿石经酸化后,成为可溶于水的硼酸盐,加入甘露醇使硼酸定量地转变为离解度较强的醇硼酸,以三混为指示剂,用氢氧化钠标准溶液滴定。

5.2 试剂

5.2.1 氢氧化钠溶液:20 %。

5.2.2 盐酸:1+1。

5.2.3 三混指示剂包括以下组分:

- a) 溴钾酚绿 0.1 g 溶于 100 mL 乙醇;
- b) 甲基红 0.2 g 溶于 100 mL 乙醇;
- c) 酚酞 1 g 溶于 100 mL 乙醇。

注: 将以上指示剂按3:1:4混于100 mL滴瓶中即为三混指示剂。

5.2.4 甘露醇: 固体。

5.2.5 氢氧化钠标准溶液[$c(\text{NaOH}) \approx 0.15 \text{ mol/L}$]制备步骤如下:

- a) 称取 30 g 氢氧化钠置于 500 mL 塑料杯中, 加入 200 mL~300 mL 水溶解, 移入 5000 mL 广口瓶中, 用水稀释至约 5000 mL, 摇匀;
- b) 加入 2.5 g~3 g 氯化钡, 摇匀;
- c) 放置数小时后再加入 2 g~3 g 硫酸钠, 摇匀;
- d) 瓶盖装上钠石灰管, 静置过夜, 待标定;
- e) 标定方法按 GB/T 1549—2008 第 6.2.2 中 j 条款。

5.3 分析步骤

5.3.1 称取 1.5 g 试样, 精确至 0.0001 g, 置于 250 mL 烧杯中。加入 15 mL~20 mL 盐酸 (1+1), 盖上表面皿, 置电炉上加热, 待煮沸后, 用蒸馏水冲洗烧杯壁, 保持微沸 20 min, 直至没有明显的气泡产生。取下烧杯, 用蒸馏水冲洗表面皿及烧杯壁, 用中速滤纸过滤, 滤液冷却至室温转至 250 mL 容量瓶中, 稀释至标线摇匀备用, 此试液为 A。

5.3.2 移取 25.00 mL 试液 A 于 250 mL 三角瓶中, 加入 5 滴~6 滴三混指示剂 (5.2.3), 滴加氢氧化钠溶液 (5.2.1) 恰至灰色; 若滴加过量, 溶液呈现绿色, 可加入适量盐酸 (1+1) 使溶液恰至灰色。加入 3 g 甘露醇 (5.2.4), 摇匀后, 用氢氧化钠标准溶液滴定, 溶液由红色到绿色再到红色即为终点。

6 分析计算

三氧化二硼的质量分数[$\omega(\text{B}_2\text{O}_3)$]按式(1)计算:

$$\omega(\text{B}_2\text{O}_3) = \frac{c \times V \times 0.03841 \times 100}{m} = \frac{cV \times 3.841}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V ——减去空白试验后的氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——试样的质量, g;

0.03841——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。

注: 所得结果应精确至二位小数。

7 误差范围

实验室内允许误差 0.20 %; 实验室间允许误差 0.25 %。