

中华人民共和国国家标准

钢铁及合金化学分析方法
高碘酸钠(钾)光度法测定锰量

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy
The sodium (potassium) periodate photometric method
for the determination of manganese content

UDC 669.14/.15
:543.06

GB 223.63—88

代替 GB 223.4—81
方法三

本标准适用于生铁、铁粉、碳钢、合金钢、高温合金、精密合金中锰量的测定。测定范围：0.010%~2.00%。

本标准遵守 GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

本标准遵守 GB 7729—87《冶金产品化学分析 分光光度法通则》。

1 方法提要

试样经酸溶解后，在硫酸、磷酸介质中，用高碘酸钠(钾)将锰氧化至七价，测量其吸光度。

2 试剂

2.1 氢氟酸(ρ 1.15 g/ml)。

2.2 盐酸(ρ 1.19 g/ml)。

2.3 硝酸(ρ 1.42 g/ml)。

2.4 硝酸(1+4)。

2.5 硝酸(2+98)。

2.6 硫酸(1+1)。

2.7 磷酸-高氯酸混合酸：三份磷酸(ρ 1.69 g/ml)和一份高氯酸(ρ 1.67 g/ml)混匀。

2.8 高碘酸钠(钾)溶液(5%)：称取 5 g 高碘酸钠(钾)，置于 250 ml 烧杯中，加 60 ml 水、20 ml 硝酸(2.3)，温热溶解后，冷却。用水稀释至 100 ml，混匀。

2.9 亚硝酸钠溶液(1%)。

2.10 锰标准溶液

2.10.1 称取 1.438 3 g 基准高锰酸钾，置于 600 ml 烧杯中，加 300 ml 水溶解，加 10 ml 硫酸(2.6)，滴加过氧化氢(ρ 1.10 g/ml)至红色恰好消失，加热煮沸 5~10 min，冷却。移入 1 000 ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 ml 含 500 μ g 锰。

也可称取 0.500 0 g 电解锰(99.9%以上)〔电解锰需预先放在硫酸(5+95)中清洗，待表面氧化锰洗净后，取出，立即用蒸馏水反复洗净，再放在无水乙醇中洗 4~5 次，取出放在干燥器中干燥后方可使用〕，置于 250 ml 烧杯中，加 20 ml 硝酸(1+3)，加热溶解，煮沸驱尽氮氧化物，取下冷却至室温，移入 1 000 ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 ml 含 500 μ g 锰。

2.10.2 移取 20.00 ml 锰标准溶液(2.10.1)，置于 100 ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 ml 含 100 μ g 锰。

2.11 不含还原物质的水：将去离子水(或蒸馏水)加热煮沸，每升用 10 ml 硫酸(1+3)酸化，加几粒高碘酸钠(钾)，继续煮沸几分钟，冷却后使用。

3 分析步骤

3.1 试样量

按表 1 称取试样。

表 1

含量范围, %	0.01~0.1	0.1~0.5	0.5~1.0	1.0~2.0
称样量, g	0.500 0	0.200 0	0.200 0	0.100 0
锰标准溶液浓度, $\mu\text{g}/\text{ml}$	100	100	500	500
移取锰标准溶液 体积, ml	0.50	2.00	2.00	2.00
	2.00	4.00	2.50	2.50
	3.00	6.00	3.00	3.00
	4.00	8.00	3.50	3.50
	5.00	10.00	4.00	4.00
吸收皿, cm	3	2	1	1

3.2 测定

3.2.1 将试样(3.1)置于 150 ml 锥形瓶中,加 15 ml 硝酸(2.4)〔高硅试样加 3~4 滴氢氟酸(2.1);生铁试样用硝酸(1+4)溶解试样,并滴加 3~4 滴氢氟酸(2.1),试样溶解后,取下冷却,用快速滤纸过滤于另一个 150 ml 锥形瓶中,用热硝酸(2.5)洗涤原锥形瓶和滤纸 4 次;高镍铬试样用适宜比例的盐酸(2.2)和硝酸(2.3)混合酸溶解;高钨(5%以上)试样或难溶试样,可加 15 ml 磷酸-高氯酸混合酸(2.7)溶解],低温加热溶解。

3.2.2 加 10 ml 磷酸-高氯酸混合酸(2.7)〔高钨试样用 15 ml 磷酸-高氯酸混合酸(2.7)溶解时,不必再加〕,加热蒸发至冒高氯酸(含铬高的试样需将铬氧化),稍冷,加 10 ml 硫酸(2.6),用水稀释至约 40 ml。

3.2.3 加 10 ml 高碘酸钠(钾)溶液(2.8),加热至沸并保持 2~3 min(防止试液溅出),冷却至室温,移入 100 ml 容量瓶中,用不含还原物质水(2.11)稀释至刻度,混匀。

3.2.4 按表 1 将部分显色溶液移入吸收皿中,向剩余的显色液中,边摇动边滴加亚硝酸钠溶液(2.9)至紫红色刚好退去〔含钴试样用亚硝酸钠溶液退色时,钴的微红色不退,可按下述方法处理:不断摇动容量瓶,慢慢滴加亚硝酸钠溶液(2.9),若试样微红色无变化时,将试液置于吸收皿中,测量吸光度,向剩余试液中再加亚硝酸钠溶液(2.9),再次测量吸光度,直至两次吸光度无变化即可用此溶液为参比液〕,将此溶液移入另一吸收皿为参比,在分光光度计波长 530 nm 处测量其吸光度。

3.2.5 根据测得的试液吸光度,从工作曲线上查出相应的锰量。

3.3 工作曲线的绘制

按表 1 移取锰标准溶液,分别置于 150 ml 锥形瓶中,以下按 3.2.2~3.2.4 进行,测量其吸光度。以锰量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

4 分析结果的计算

锰的百分含量按下式计算:

$$\text{Mn}(\%) = \frac{m_1}{m_0} \times 100$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得锰量, g;

m_0 ——试样量, g。

5 精密度

本标准中所列精密度是指在1987年由十个试验室对七个均匀分布在本方法测定范围内相同的均匀试样,按本方法分析步骤,共同进行实验后,汇总数据,遵照GB 6379—86《测试方法的精密度 通过实验室间试验确定标准测试方法的重复性和再现性》进行统计分析得出的重复性 r 和再现性 R (见表2)。

表 2

水平, % (m/m)	重复性 r	再现性 R
0.010~2.00	$\lg r = -1.7561 + 0.6114 \lg m$	$\lg R = -1.5719 + 0.5404 \lg m$

重复性是用本方法在正常和正确操作情况下,由同一操作人员,在同一试验室内,使用同一仪器、并在短期内,对相同试样所作两个单次测试结果,在95%概率水平两个独立测试结果的最大差值。

再现性是用本方法在正常和正确操作情况下,由两名操作人员,在不同实验室内,对相同试样各作单次测试结果,在95%概率水平两个独立测试结果的最大差值。

如果两个独立测试结果之间差值超过了相应的重复性和再现性数值,则认为这两个结果是可疑的。

附录 A
精密度试验原始数据
(补充件)

水平 实验室	1	2	3	4	5	6	7
1	0.011	0.105	0.255	0.688	0.999	1.556	2.051
	0.011	0.107	0.260	0.684	0.989	1.549	2.051
	0.011	0.110	0.260	0.695	0.988	1.539	2.019
2	0.011	0.099	0.255	0.680	0.990	1.530	2.030
	0.011	0.102	0.253	0.688	1.000	1.536	2.016
	0.011	0.100	0.255	0.685	0.980	1.520	2.000
3	0.011	0.104	0.257	0.676	0.981	1.503	2.011
	0.011	0.100	0.253	0.678	0.982	1.508	2.019
	0.011	0.101	0.258	0.682	0.989	1.516	2.015
4	0.013	0.102	0.262	0.702	1.000	1.524	2.024
	0.013	0.101	0.265	0.700	1.010	1.534	2.024
	0.013	0.102	0.262	0.706	0.995	1.534	2.007
5	0.011	0.102	0.260	0.713	1.019	1.535	2.030
	0.011	0.104	0.255	0.688	1.013	1.500	2.025
	0.012	0.104	0.260	0.713	0.988	1.550	2.025
6	0.010	0.100	0.260	0.675	1.000	1.515	2.030
	0.010	0.100	0.260	0.687	1.000	1.535	2.028
	0.010	0.100	0.265	0.685	1.000	1.517	2.033
7	0.012	0.103	0.260	0.699	0.990	1.534	2.018
	0.011	0.105	0.259	0.692	0.980	1.534	2.018
	0.011	0.103	0.260	0.692	0.990	1.534	2.005
8	0.012	0.100	0.254	0.688	0.998	1.548	2.028
	0.013	0.099	0.255	0.686	0.990	1.531	2.028
	0.012	0.100	0.256	0.685	0.992	1.537	2.025
9	0.012	0.104	0.272	0.690	1.000	1.518	2.020
	0.012	0.106	0.262	0.690	0.990	1.513	2.006
	0.012	0.105	0.260	0.690	0.995	1.515	2.011
10	0.012	0.099	0.253	0.664	1.000	1.530	2.050
	0.011	0.102	0.255	0.680	1.000	1.525	2.030
	0.011	0.100	0.255	0.678	0.980	1.520	2.040

附加说明:

本标准由冶金工业部钢铁研究总院技术归口。

本标准由冶金工业部钢铁研究总院负责起草。

本标准由冶金工业部钢铁研究总院、江西钢厂起草。

本标准主要起草人柯瑞华。

本标准水平等级标记 GB 223.63—88 Y