

中华人民共和国国家标准

硅铁化学分析方法 高碘酸钾光度法测定锰量

Methods for chemical analysis of ferrosilicon
The potassium periodate photometric method
for the determination of manganese content

UDC 669.15782
:543.42:546
.711
GB 4333.3—88

代替 GB 4333.3—84

1 主题内容与适用范围

本标准规定了高碘酸钾光度法测定锰量。

本标准适用于硅铁中锰量的测定。测定范围:0.100%~0.800%。

2 方法提要

试样用硝酸、氢氟酸溶解后,在硫酸-磷酸混酸介质中,用高碘酸钾将锰氧化成紫红色的高锰酸,于分光光度计波长530 nm处测量其吸光度。

3 试剂

3.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.2 氢氟酸(ρ 1.15 g/mL)。

3.3 硫酸(1+1)。

3.4 硫酸-磷酸混酸:于1 000 mL水中缓慢地加入500 mL硫酸(ρ 1.84 g/mL),冷却,加入500 mL磷酸(ρ 1.70 g/mL),混匀。

3.5 高碘酸钾溶液(50 mg/mL):称取5 g高碘酸钾,置于250 mL烧杯中,加入60 mL水、15 mL硝酸(3.1),温热溶解,冷却,移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

3.6 亚硝酸钠溶液(10 mg/mL)。

3.7 锰标准溶液:

3.7.1 电解锰的处理:用硫酸(5+95)浸没电解锰,加热至表面氧化锰溶解,取出,用水反复冲洗,再用无水乙醇洗5次,室温干燥。

3.7.2 锰标准溶液的制备:

3.7.2.1 称取0.500 0 g已处理过的电解锰(99.95%以上),置于250 mL烧杯中,加入20 mL硫酸(3.3),低温加热溶解并蒸发至体积约为3~5 mL,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。

3.7.2.2 移取20.00 mL锰标准溶液(3.7.2.1),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。

4 试样

试样应通过0.125 mm筛网。

5 分析步骤

5.1 试样量

称取0.200 0 g 试样。

5.2 空白试验

随同试样做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试样(5.1)置于100 mL 铂皿或聚四氟乙烯烧杯中,加入10 mL 硝酸(3.1),边摇动边滴加3~5 mL 氢氟酸(3.2),直至试样全部溶解,加入4 mL 硫酸(3.3),低温加热蒸发至冒硫酸白烟2 min,取下冷却。加入20 mL 硫酸-磷酸混酸(3.4),加热至盐类溶解,取下,移入200 mL 锥形瓶中。

5.3.2 加入10 mL 高碘酸钾溶液(3.5),用水调整溶液体积约为60~70 mL,于低温煮沸3 min。取下,冷却至室温,移入100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此为显色溶液。

5.3.3 将部分显色溶液移入2 cm 比色皿中(含锰量大于0.300%时用1 cm 比色皿)。以参比溶液[向剩余的显色溶液中边摇动边滴加亚硝酸钠溶液(3.6)至紫红色刚好褪去]为参比,于分光光度计波长530 nm 处测量其吸光度。

5.3.4 减去随同试样空白的吸光度,从工作曲线上查出相应的锰量。

5.4 工作曲线的绘制

含锰量不大于0.300%时,移取0、2.00、3.00、4.00、5.00、6.00 mL 锰标准溶液(3.7.2.2);含锰量大于0.300%时,移取0、1.20、1.60、2.00、2.40、2.80、3.20 mL 锰标准溶液(3.7.2.1),分别置于一组200 mL 锥形瓶中,加入20 mL 硫酸-磷酸混酸(3.4),以下按5.3.2至5.3.3进行,测得的吸光度应减去绘制工作曲线时试剂空白的吸光度,以锰量为横坐标,以吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

按下式计算锰的百分含量:

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

式中: m_1 ——从工作曲线上查得的锰量,g;

m ——试样量,g。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

		%
锰 量	允 许 差	
0.100~0.250	0.025	
>0.250~0.350	0.030	
>0.350~0.550	0.035	
>0.550~0.800	0.040	

附加说明：

本标准由新余钢铁厂起草。

本标准主要起草人尤其伸、陈秀珍等。

本标准水平等级标记 GB 4333.3—88 I