

5.6 精密度

5.6.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过5%,重复性限(r)按表7数据采用线性内插法求得。

表 7

$w_{Mn}/\%$	0.002 5	0.005 0	0.007 5
$r/\%$	0.000 3	0.000 6	0.001 0

5.6.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表8所列允许差。

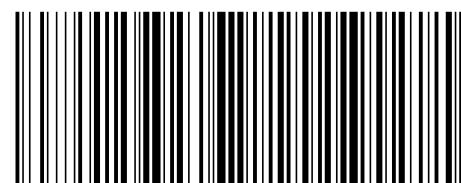
表 8

锰的质量分数/%	允许差/%
0.000 5~0.002 0	0.000 3
>0.002 0~0.005 0	0.000 8
>0.005 0~0.010	0.001 5

6 试验报告

试验报告包括以下内容:

- 试样;
- 使用的标准(包括发布或出版年号);
- 使用的方法(如果标准中包括几个方法);
- 分析结果及其表示;
- 与基本分析步骤的差异;
- 测定中观察到的异常现象;
- 试验日期。



GB/T 13748.4-2013

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-47683

定价: 16.00 元



中华人民共和国国家标准

GB/T 13748.4—2013
代替 GB/T 13748.4—2005

镁及镁合金化学分析方法

第4部分:锰含量的测定

高碘酸盐分光光度法

Chemical analysis methods of magnesium and magnesium alloys—
Part 4: Determination of manganese content—
Periodate spectrophotometric method

[ISO 2353:1972, Magnesium and its alloys—Determination of manganese in magnesium alloys containing zirconium, rare earths, thorium and silver — Periodate photometric method, NEQ、
ISO 809:1973, Magnesium and magnesium alloys—Determination of manganese—Periodate photometric method (Manganese content between 0.01 and 0.8%), NEQ、
ISO 810:1973, Magnesium and magnesium alloys—Determination of manganese—Periodate photometric method (Manganese content less than 0.01%), NEQ]

2013-09-06 发布

2014-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

中 华 人 民 共 和 国
 国 家 标 准
 镁及镁合金化学分析方法
 第 4 部分:锰含量的测定
 高碘酸盐分光光度法
 GB/T 13748.4—2013

*
 中国标准出版社出版发行
 北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)
 北京市西城区三里河北街 16 号(100045)
 网址 www.spc.net.cn
 总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
 读者服务部:(010)68523946
 中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
 各地新华书店经销
 *
 开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 18 千字
 2013 年 10 月第一版 2013 年 10 月第一次印刷
 *
 书号: 155066·1-47683 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
 版权专有 侵权必究
 举报电话:(010)68510107

5.2.8 锰标准溶液:移取 10.00 mL 锰标准贮存溶液(5.2.7)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 20 μg 锰。

5.3 仪器

分光光度计。

5.4 分析步骤

5.4.1 试料

称取 2 g 试样,精确至 0.000 1 g。

5.4.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

5.4.3 空白试验

随同试料(5.4.1)做空白试验。

5.4.4 测定

5.4.4.1 将试料(5.4.1)置于 250 mL 烧杯中,加入 30 mL 硫酸(5.2.3),待试料溶解完全后,以少量的水洗杯壁,加入 5 mL 硝酸(5.2.1),1 mL 磷酸(5.2.2),混匀,加水使体积约 50 mL。

5.4.4.2 将试液(5.4.4.1)置于电炉上加热至沸,取下,加入 10 mL 高碘酸钾溶液(5.2.4),继续加热至沸,待溶液显紫红色后低温煮沸 20 min[其间不断吹入去还原剂的水(5.2.6),使体积保持一致并小于 50 mL],在电炉上保温 10 min,取下冷却,移入 50 mL 容量瓶中,用去还原剂的水(5.2.6)稀释至刻度,混匀。

5.4.4.3 移取部分显色液(5.4.4.2)于 5 cm 吸收池中,向剩余的显色液中边摇边滴加亚硝酸钠溶液(5.2.5)使紫色刚好褪去,取其溶液于另一个吸收池中为参比,于分光光度计波长 525 nm 处测量其吸光度。

5.4.4.4 将所测得试液的吸光度,减去试剂空白试验(5.4.3)溶液的吸光度后,从工作曲线上查的相应的锰量。

5.4.5 工作曲线的绘制

5.4.5.1 移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 锰标准溶液(5.2.8)于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 硫酸(5.2.3),加入 5 mL 硝酸(5.2.1),加入 1 mL 磷酸(5.2.2),混匀,加水使体积约 50 mL。以下按 5.4.4.2~5.4.4.3 进行。

5.4.5.2 将测得系列标准溶液的吸光度,减去试剂空白溶液的吸光度后,以锰量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5.5 分析结果的计算

锰含量以锰的质量分数 w_{Mn} 计,数值以 % 表示,按式(3)计算:

$$w_{Mn} = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_1 ——自工作曲线上查得的锰量,单位为微克(μg);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后 4 位。

4.6 精密度

4.6.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过5%,重复性限(r)按表5数据采用线性内插法求得。

表 5

$w_{Mn}/\%$	0.010	0.10	0.70
$r/\%$	0.001	0.01	0.02

4.6.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表6所列允许差。

表 6

锰的质量分数/%	允许差/%
0.010~0.030	0.003
>0.030~0.10	0.008
>0.10~0.30	0.020
>0.30~0.80	0.040

5 方法三

5.1 方法提要

试料以硫酸溶解,硝酸氧化,在磷酸存在下,用高碘酸钾将锰(II)氧化至锰(VII)。于分光光度计波长525 nm处,测量其吸光度。

5.2 试剂

5.2.1 硝酸($\rho=1.40$ g/L)。

5.2.2 磷酸($\rho=1.71$ g/L)。

5.2.3 硫酸(1+3)。

5.2.4 高碘酸钾溶液(50 g/L):称取25.0 g高碘酸钾于500 mL烧杯中,加入400 mL水,加热溶解后,加入100 mL硝酸(5.2.1)。

5.2.5 亚硝酸钠溶液(5 g/L):用时现配。

5.2.6 去还原剂的水:将分析用水加热煮沸,每升用10 mL硫酸(5.2.3)酸化,加少许高碘酸钾,继续煮沸10 min,冷却。

5.2.7 锰标准贮存溶液:称取1.000 0 g金属锰{预先将适量电解锰[$w_{Mn}\geq 99.9\%$]置于盛有60 mL~80 mL硫酸(5.2.3)和100 mL水的烧杯中,摇动数分钟,弃去酸液,以水洗涤数次,再用丙酮洗1~2次,于100℃恒温箱中烘干约2 min,置于干燥器中冷却}于400 mL烧杯中,加入40 mL硫酸(5.2.3),加热溶解,加入80 mL水,煮沸数分钟,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1 mg锰。

前 言

GB/T 13748《镁及镁合金化学分析方法》分为22个部分:

- 第1部分:铝含量的测定;
- 第2部分:锡含量的测定 邻苯二酚紫分光光度法;
- 第3部分:锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第4部分:锰含量的测定 高碘酸盐分光光度法;
- 第5部分:钇含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第6部分:银含量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第7部分:锆含量的测定;
- 第8部分:稀土含量的测定 重量法;
- 第9部分:铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法;
- 第10部分:硅含量的测定 钼蓝分光光度法;
- 第11部分:铍含量的测定 依来铬氰蓝R分光光度法;
- 第12部分:铜含量的测定;
- 第13部分:铅含量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第14部分:镍含量的测定 丁二酮肟分光光度法;
- 第15部分:锌含量的测定;
- 第16部分:钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第17部分:钾含量和钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第18部分:氯含量的测定 氯化银浊度法;
- 第19部分:钛含量的测定 二安替比啉甲烷分光光度法;
- 第20部分:ICP-AES测定元素含量;
- 第21部分:光电直读原子发射光谱分析方法测定元素含量;
- 第22部分:钍含量的测定。

本部分为GB/T 13748的第4部分。

本次对有采标对象的第1部分、第4部分、第7部分、第8部分、第9部分、第10部分、第12部分、第14部分、第15部分9个部分进行修订。

本部分按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本部分代替GB/T 13748.4—2005《镁及镁合金化学分析方法 锰含量的测定 高碘酸盐分光光度法》。

本部分与GB/T 13748.4—2005相比,主要技术变化如下:

- 将方法一、方法二和方法三的“范围”合并为第1章“范围”;
- 增加了第2章“总则”的要求;
- 增加了第6章“实验报告”的要求;
- 删除了“质量保证和控制”的要求;
- 对“方法二”中错误的试剂序号进行了修订。
- 增加了对仲裁方法的规定。

本部分方法一使用重新起草法参考ISO 2353:1972《镁及镁合金 含锆、稀土、钍和银的镁合金中锰含量的测定 高碘酸盐光度法》,与ISO 2353:1972一致性程度为非等效;方法二使用重新起草法参