

### 镍基合金粉化学分析方法 第 5 部分：锰量的测定 高碘酸钠(钾)氧化分光光度法

Methods for chemical analysis of nickel base alloy powder—  
Part 5: Determination of manganese content—  
Sodium(potassium) periodate spectrophotometry

中华人民共和国有色金属  
行业标准  
镍基合金粉化学分析方法  
第 5 部分：锰量的测定  
高碘酸钠(钾)氧化分光光度法  
YS/T 539.5—2009

\*  
中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街 16 号  
邮政编码：100045

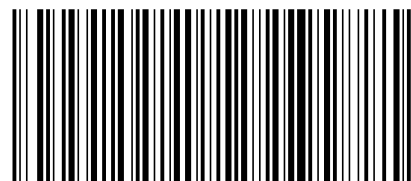
网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)  
电话：68523946 68517548

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 0.5 字数 7 千字  
2010 年 3 月第一版 2010 年 3 月第一次印刷

\*  
书号：155066·2-20564 定价 14.00 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)68533533



YS/T 539.5—2009

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

### 5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

### 5.4 测定

5.4.1 将试料(5.1)置于150 mL锥形瓶中,加入15 mL盐酸(3.1),2 mL硝酸(3.2)低温加热至溶解完全[难溶试样可滴加氢氟酸(3.3)助溶]。

5.4.2 加入10 mL磷酸-高氯酸混合酸(3.6),加热至冒高氯酸烟,稍冷,加10 mL硫酸(3.4),用水稀释至约40 mL,加10 mL高碘酸钠(钾)溶液(3.7),加热煮沸并保持2 min~3 min,冷却至室温,移入100 mL容量瓶中,用不含还原物质的水(3.10)稀释至刻度,混匀。

5.4.3 移取部分显色溶液(5.4.2)于(1~3)cm吸收皿中,向剩余的显色液中边摇动边滴加亚硝酸钠溶液(3.5)至紫色刚好褪去,移取其溶液于另一吸收皿中为参比。

5.4.4 于分光光度计波长530 nm处测量其吸光度,从工作曲线上查得试液中的锰量。

### 5.5 工作曲线的绘制

5.5.1  $w_{Mn} \leq 0.5\%$ 时,移取0 mL、0.50 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、10.00 mL锰标准溶液B(3.9); $w_{Mn} > 0.5\%$ 时,移取0 mL、2.00 mL、2.50 mL、3.00 mL、3.50 mL、4.00 mL锰标准溶液A(3.8),分别置于一组150 mL锥形瓶中,以下按5.4.2进行。

5.5.2 移取部分显色液于1 cm~3 cm吸收皿中。以试剂空白为参比,于分光光度计波长530 nm处测量其吸光度,以锰量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

## 6 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,按公式(1)计算:

$$w_{Mn} = \frac{(m_1 - m_2) \times 10^{-6}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$m_1$ ——从工作曲线上查得的锰量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$m_2$ ——从工作曲线上查得的空白的锰量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$m_0$ ——试料的质量,单位为克(g)。

## 7 精密度

### 7.1 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1数据采用线性内插法求得:

表 1

锰的质量分数/%	0.013	0.31	1.49
重复性限/%	0.004	0.023	0.037

### 7.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表2所列允许差。

## 前 言

YS/T 539《镍基合金粉化学分析方法》共分为13个部分:

- 第1部分:硼量的测定 酸碱滴定法;
- 第2部分:铝量的测定 铬天青S分光光度法;
- 第3部分:硅量的测定 高氯酸脱水称量法;
- 第4部分:铬量的测定 过硫酸铵氧化滴定法;
- 第5部分:锰量的测定 高碘酸钠(钾)氧化分光光度法;
- 第6部分:铁量的测定 三氯化钛-重铬酸钾滴定法;
- 第7部分:钴量的测定 亚硝基R盐分光光度法;
- 第8部分:铜量的测定 新亚铜灵-三氯甲烷萃取分光光度法;
- 第9部分:铜量的测定 硫代硫酸钠碘量法;
- 第10部分:钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法;
- 第11部分:钨量的测定 辛可宁称量法;
- 第12部分:磷量的测定 正丁醇-三氯甲烷萃取分光光度法;
- 第13部分:氧量的测定 脉冲加热情气熔融-红外线吸收法。

本部分是YS/T 539的第5部分。

本部分代替YS/T 539.5—2006《镍基合金粉化学分析方法 高碘酸钠(钾)氧化分光光度法测定锰量》。

本部分与YS/T 539.5—2006相比较主要变化如下:

- 增加了前言;
- 补充了重复性限。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位:北京有色金属研究总院、西安锐坚金属有限责任公司。

本部分起草单位:北京有色金属研究总院、钢铁研究总院。

本部分主要起草人:张英新、杨秋萍、胡晓燕。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 8638.5—1988;
- YS/T 539.5—2006。