

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。