

ICS 77.100
H 11



中华人民共和国国家标准

GB/T 8654.1—2007
代替 GB/T 8654.1—1988、GB/T 8654.2—1988

GB/T 8654.1—2007

金属锰、锰硅合金、锰铁和氮化锰铁 铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法 和三氯化钛-重铬酸钾滴定法

Manganese metal, ferromanganese-silicon, ferromanganese and nitrogen-bearing ferromanganese—Determination of iron content—The ortho-phenanthridine spectrophotometric method and the titanium trichloride-potassium dichromate titrimetric method

中华人民共和国
国家标准
金属锰、锰硅合金、锰铁和氮化锰铁
铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法
和三氯化钛-重铬酸钾滴定法
GB/T 8654.1—2007

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
电话:68523946 68517548

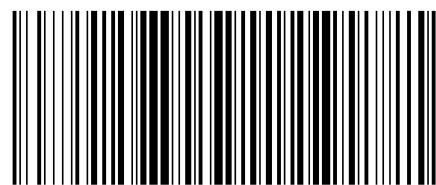
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 10 千字
2008年2月第一版 2008年2月第一次印刷

书号: 155066·1-30613 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



GB/T 8654.1—2007

2007-09-01 发布

2008-02-01 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

前 言

GB/T 8654 的本部分包括了邻二氮杂菲分光光度法和三氯化钛-重铬酸钾滴定法两个测定金属锰、锰硅合金、锰铁和氮化锰铁中铁含量的分析方法。

本部分代替 GB/T 8654.1—1988《金属锰化学分析方法 邻二氮杂菲光度法测定铁量》和 GB/T 8654.2—1988《金属锰化学分析方法 三氯化钛-重铬酸钾容量法测定铁量》。

本部分与 GB/T 8654.1—1988 和 GB/T 8654.2—1988 比较,其主要变化如下:

- 方法适用范围由金属锰扩展到金属锰、锰硅合金、锰铁和氮化锰铁;
- 增加了锰硅合金、锰铁和氮化锰铁试样的分解方法;
- 测定范围由分光光度法 0.001%~0.31% 和滴定法 1.00%~5.00% 调整为分光光度法 0.001%~1.00% 和滴定法 1.00%~35.00%;
- 金属锰试样粒度由通过 0.177 mm 筛孔调整为通过 0.149 mm 筛孔。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由冶金工业信息标准研究院归口。

本部分起草单位:四川川投峨眉铁合金(集团)有限责任公司。

本部分主要起草人:唐华应、方艳、蒲海燕。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 8654.1—1988;
- GB/T 8654.2—1988。

混匀。

4.2.13 二苯胺磺酸钠指示剂溶液,2 g/L。

4.3 试样

试样应全部通过 0.149 mm 筛孔。

4.4 分析步骤

4.4.1 试料量

按表 3 称取试样,准确至 0.000 1 g。

表 3

铁含量(质量分数)/%	试样量/g
1.00~5.00	0.50
>5.00~15.00	0.25
>15.00~35.00	0.10

4.4.2 空白试验

随同试料做空白试验。

4.4.3 测定

4.4.3.1 试料的分解

4.4.3.1.1 金属锰适用:将试料(4.4.1)置于 250 mL 锥形瓶中,用少量水润湿,加入 0.1 g~0.2 g 氟化钠(4.2.1),缓慢加入 15 mL 盐酸(4.2.2),盖上表皿,低温加热至试样完全分解,取下,用水洗涤表皿。

4.4.3.1.2 锰硅合金、锰铁和氮化锰铁适用:将试料(4.4.1)置于铂皿中,加入 10 mL 硝酸(4.2.3),分次滴加约 2 mL 氢氟酸(4.2.4)低温加热至试样完全分解,加入 5 mL 高氯酸(4.2.5),加热至微冒高氯酸烟取下。移入 250 mL 锥形瓶中,继续加热至溶液近干(呈糖浆状),取下。加入 20 mL 盐酸(4.2.2),1 滴~2 滴过氧化氢(4.2.6),约 40 mL 水,溶解盐类至试液清澈,加热煮沸至冒大气泡,取下,冷却至室温。

4.4.3.2 还原与滴定

4.4.3.2.1 将(4.4.3.1.1)和(4.4.3.1.2)制备的试液用水稀释溶液约 120 mL,加入四滴钨酸钠溶液(4.2.7),滴加三氯化钛溶液(4.2.8)至溶液出现蓝色,再过量 1 滴~2 滴,在不断摇动下,用重铬酸钾溶液(4.2.11)滴定溶液至无色(当接近终点时,应缓慢滴加),不记取读数。

4.4.3.2.2 立即加入 10 mL 硫磷混酸(4.2.9),加入 3 滴二苯胺磺酸钠指示剂溶液(4.2.13),用重铬酸钾标准溶液(4.2.10)滴定至紫蓝色为终点。

4.4.3.2.3 空白试验按 4.4.3.1~4.4.3.2.1 款进行操作,在加入硫磷混酸溶液(4.2.9)之前,先加入 10.00 mL 硫酸亚铁铵溶液(4.2.12),再加 10 mL 硫磷混酸溶液(4.2.9),加 3 滴二苯胺磺酸钠指示剂溶液(4.2.13),用重铬酸钾标准溶液(4.2.10)滴至出现稳定的紫蓝色,记录消耗的毫升数(A),再向溶液中加入 10.00 mL 硫酸亚铁铵溶液(4.2.12),用重铬酸钾标准溶液(4.2.10)滴至出现稳定的紫蓝色,记录消耗的毫升数(B)。再重复加入 10.00 mL 硫酸亚铁铵溶液(4.2.12),用重铬酸钾标准溶液(4.2.10)滴定。当 B 值极差不大于 0.05 mL,则 A 减 B 的平均值即为空白试验消耗重铬酸钾标准溶液的体积(V_0)。

4.5 分析结果计算

按式(2)计算试样中铁的含量(质量分数),数值以%表示:

$$w(\text{Fe}) = \frac{(V - V_0) \times T}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

金属锰、锰硅合金、锰铁和氮化锰铁 铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法 和三氯化钛-重铬酸钾滴定法

警告——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 8654 的本部分规定了用邻二氮杂菲分光光度法和三氯化钛-重铬酸钾滴定法测定金属锰、锰硅合金、锰铁和氮化锰铁中的铁含量。

本部分适用于金属锰、锰硅合金、锰铁和氮化锰铁中铁含量的测定。其中邻二氮杂菲分光光度法适用于金属锰中铁含量的测定,测定范围(质量分数):0.001%~1.00%;三氯化钛-重铬酸钾滴定法适用于金属锰、锰硅合金、锰铁和氮化锰铁中铁含量的测定,测定范围(质量分数):1.00%~35.00%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 8654 的本部分中的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备

3 方法一:邻二氮杂菲分光光度法

3.1 原理

试料用盐酸分解,加入盐酸羟胺后调节 pH 值,加入邻二氮杂菲溶液使铁显色,于分光光度计波长 517 nm 处测其吸光度。

3.2 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水。

3.2.1 盐酸,1+1。

3.2.2 盐酸,1+50。

3.2.3 乙酸铵溶液,500 g/L。

3.2.4 盐酸羟胺溶液,100 g/L。

3.2.5 邻二氮杂菲溶液:称取 0.36 g 邻二氮杂菲盐酸盐($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2\text{HCl} \cdot \text{H}_2\text{O}$)溶解于 100 mL 水中。

3.2.6 铁标准溶液

3.2.6.1 称 0.500 0 g 高纯铁粉(纯度不小于 99.9%)置于 300 mL 烧杯中,加 30 mL 盐酸(3.2.1),加热分解,冷却后移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含铁 1.0 mg。

3.2.6.2 移取 25.00 mL 铁标准溶液(3.2.6.1)于 1 000 mL 容量瓶中,加入 20 mL 盐酸(3.2.1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含铁 25 μg 。

3.3 仪器

分析中使用通常的实验室仪器。

3.4 取制样

按照 GB/T 4010 的规定进行取制样。试样应通过 0.149 mm 筛孔。