

钢铁及合金化学分析方法
高碘酸钠(钾)光度法测定锰量

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy
The sodium(potassium)periodate photometric method
for the determination of manganese content

UDC 669.14/.15
543.06

GB 223.63—88

代替 GB 223.4—81
方法三

本标准适用于生铁、铁粉、碳钢、合金钢、高温合金、精密合金中锰量的测定。测定范围：0.010%~2.00%。

本标准遵守 GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

本标准遵守 GB 7729—87《冶金产品化学分析 分光光度法通则》。

1 方法提要

试样经酸溶解后，在硫酸、磷酸介质中，用高碘酸钠(钾)将锰氧化至七价，测量其吸光度。

2 试剂

- 2.1 氢氟酸(ρ 1.15 g/ml)。
- 2.2 盐酸(ρ 1.19 g/ml)。
- 2.3 硝酸(ρ 1.42 g/ml)。
- 2.4 硝酸(1+4)。
- 2.5 硝酸(2+98)。
- 2.6 硫酸(1+1)。
- 2.7 磷酸-高氯酸混合酸：三份磷酸(ρ 1.69 g/ml)和一份高氯酸(ρ 1.67 g/ml)混匀。
- 2.8 高碘酸钠(钾)溶液(5%)：称取 5 g 高碘酸钠(钾)，置于 250 ml 烧杯中，加 60 ml 水、20 ml 硝酸(2.3)，温热溶解后，冷却。用水稀释至 100 ml，混匀。
- 2.9 亚硝酸钠溶液(1%)。
- 2.10 锰标准溶液
 - 2.10.1 称取 1.438 3 g 基准高锰酸钾，置于 600 ml 烧杯中，加 300 ml 水溶解，加 10 ml 硫酸(2.6)，滴加过氧化氢(ρ 1.10 g/ml)至红色恰好消失，加热煮沸 5~10 min，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 500 μ g 锰。
也可称取 0.500 0 g 电解锰(99.9%以上)〔电解锰需预先放在硫酸(5+95)中清洗，待表面氧化锰洗净后，取出，立即用蒸馏水反复洗净，再放在无水乙醇中洗 4~5 次，取出放在干燥器中干燥后方可使用〕，置于 250 ml 烧杯中，加 20 ml 硝酸(1+3)，加热溶解，煮沸驱尽氮氧化物，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。
 - 2.10.2 移取 20.00 ml 锰标准溶液(2.10.1)，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。
 - 2.11 不含还原物质的水：将去离子水(或蒸馏水)加热煮沸，每升用 10 ml 硫酸(1+3)酸化，加几粒高碘酸钠(钾)，继续煮沸几分钟，冷却后使用。

3 分析步骤

3.1 试样量

按表 1 称取试样。

表 1

含量范围, %	0.01~0.1	0.1~0.5	0.5~1.0	1.0~2.0
称样量, g	0.500 0	0.200 0	0.200 0	0.100 0
锰标准溶液浓度, $\mu\text{g}/\text{ml}$	100	100	500	500
移取锰标准溶液 体积, ml	0.50	2.00	2.00	2.00
	2.00	4.00	2.50	2.50
	3.00	6.00	3.00	3.00
	4.00	8.00	3.50	3.50
	5.00	10.00	4.00	4.00
吸收皿, cm	3	2	1	1

3.2 测定

3.2.1 将试样(3.1)置于 150 ml 锥形瓶中, 加 15 ml 硝酸(2.4)〔高硅试样加 3~4 滴氢氟酸(2.1); 生铁试样用硝酸(1+4)溶解试样, 并滴加 3~4 滴氢氟酸(2.1), 试样溶解后, 取下冷却, 用快速滤纸过滤于另一个 150 ml 锥形瓶中, 用热硝酸(2.5)洗涤原锥形瓶和滤纸 4 次; 高镍铬试样用适宜比例的盐酸(2.2)和硝酸(2.3)混合酸溶解; 高钨(5%以上)试样或难溶试样, 可加 15 ml 磷酸-高氯酸混合酸(2.7)溶解〕, 低温加热溶解。

3.2.2 加 10 ml 磷酸-高氯酸混合酸(2.7)〔高钨试样用 15 ml 磷酸-高氯酸混合酸(2.7)溶解时, 不必再加〕, 加热蒸发至冒高氯酸(含铬高的试样需将铬氧化), 稍冷, 加 10 ml 硫酸(2.6), 用水稀释至约 40 ml。

3.2.3 加 10 ml 高碘酸钠(钾)溶液(2.8), 加热至沸并保持 2~3 min(防止试液溅出), 冷却至室温, 移入 100 ml 容量瓶中, 用不含还原物质水(2.11)稀释至刻度, 混匀。

3.2.4 按表 1 将部分显色溶液移入吸收皿中, 向剩余的显色液中, 边摇动边滴加亚硝酸钠溶液(2.9)至紫红色刚好退去〔含钴试样用亚硝酸钠溶液退色时, 钴的微红色不退, 可按下述方法处理: 不断摇动容量瓶, 慢慢滴加亚硝酸钠溶液(2.9), 若试样微红色无变化时, 将试液置于吸收皿中, 测量吸光度, 向剩余试液中再加亚硝酸钠溶液(2.9), 再次测量吸光度, 直至两次吸光度无变化即可用此溶液为参比液〕, 将此溶液移入另一吸收皿为参比, 在分光光度计波长 530 nm 处测量其吸光度。

3.2.5 根据测得的试液吸光度, 从工作曲线上查出相应的锰量。

3.3 工作曲线的绘制

按表 1 移取锰标准溶液, 分别置于 150 ml 锥形瓶中, 以下按 3.2.2~3.2.4 进行, 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。

4 分析结果的计算

锰的百分含量按下式计算:

$$\text{Mn}(\%) = \frac{m_1}{m_0} \times 100$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得锰量, g;

m_0 ——试样量, g。