

## 中华人民共和国国家标准

# 锰铁及高炉锰铁化学分析方法

## 电位滴定法测定锰量

UDC 669.1574  
543.06

GB 7730.1-87

Methods for chemical analysis of ferromanganese  
and blast furnace ferromanganese  
The potentiometric method for the determination  
of manganese content

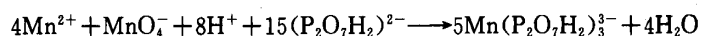
本标准适用于锰铁及高炉锰铁中锰的测定。测定范围：50%~95%。

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》。

本标准等同采用国际标准 ISO 4159-1978《锰铁和硅锰铁—锰量的测定—电位滴定法》。

### 1 方法提要

试样用硝酸、盐酸、高氯酸及氢氟酸溶解，在中性焦磷酸钠介质中，用高锰酸钾标准溶液进行电位滴定测定锰量。其反应式如下：



当试样中铬、钒大于0.4%时，对本法有干扰。

### 2 试剂

2.1 高氯酸( $\rho=1.67\text{g/mL}$ )。

2.2 氢氟酸( $\rho=1.15\text{g/mL}$ )。

2.3 硝酸( $\rho=1.42\text{g/mL}$ )。

2.4 盐酸( $\rho=1.19\text{g/mL}$ )。

2.5 盐酸(1+2)。

2.6 盐酸(1+4)。

2.7 焦磷酸钠饱和溶液：称取145g 焦磷酸钠( $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ )，置于2 000mL 锥形瓶中，加约1 000mL 温水，在不断摇动下低温加热，使局部温度亦不允许超过60℃，直至试剂完全溶解为止，冷却。

用时配制。

2.8 高锰酸钾(重结晶)：称取50g 高锰酸钾置于带磨口的500 mL 锥形瓶(3.1)中，加入200mL 热水使之溶解。将锥形瓶(3.1)与回流冷凝器(3.2)连接，煮沸该溶液20 min，用微孔玻璃滤器真空快速地抽滤热溶液。将滤液倾入500 mL 烧杯中，再置于冰水浴中冷却并剧烈地搅拌，使细结晶形沉淀物沉淀，静置10 min。倾泻出溶液，以玻璃刮勺转移结晶物至另一微孔玻璃滤器内，抽滤几分钟，除去大部分母液。

结晶物再用160 mL 蒸馏水(不允许用离子交换水)溶解，重复再结晶一次。

重结晶的高锰酸钾经抽滤5 min，以玻璃刮勺将结晶物转移至直径为150 mm 的表皿中，在空气中干燥，应注意避光及防尘。用玻璃刮勺研碎至结晶物质不再成块时，在110℃干燥2 h。然后将其放入带有磨口玻璃塞的称量瓶中。

贮于暗处。

中华人民共和国冶金工业部 1987-03-31 批准

1988-03-01 实施

## GB 7730.1—87

该盐含有34.76%(m/m)锰。

2.9 高锰酸钾标准溶液： $c_{\frac{1}{5}KMnO_4} \approx 0.05\text{mol/L}$ 。

## 2.9.1 配制

称取1.60g高锰酸钾，置于2000mL锥形瓶中，以1000mL水溶解，放置6d，用玻璃棉或4号微孔玻璃滤器过滤，滤液保存于棕色玻璃瓶中，混匀。

## 2.9.2 标定

称取1.2500g重结晶高锰酸钾(2.8)，置于300mL锥形瓶中，以少许水润湿，以下严格地按分析步骤5.3进行操作。标定与测定同时进行。

按公式(1)计算高锰酸钾标准溶液对锰的滴定度：

$$T = \frac{m_1 \times 34.76}{100(V_1 - V_0)} \times \frac{50}{250} = \frac{0.06952m_1}{V_1 - V_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中： $T$ ——高锰酸钾标准溶液对锰的滴定度，g/mL；

$m_1$ ——称取的重结晶高锰酸钾的量，g；

$V_0$ ——空白试验时消耗的高锰酸钾标准溶液的体积，mL；

$V_1$ ——标定时消耗高锰酸钾标准溶液(2.9)的体积，mL。

## 3 仪器

3.1 带磨口的锥形瓶，容积为500mL。

3.2 回流冷凝器，带有装在锥形瓶(3.1)上的磨口回流冷凝器。

3.3 微孔玻璃过滤器， $G_4$ 。

3.4 电位滴定仪，配有铂电极和饱和甘汞电极，或配有铂电极和银电极。

3.5 酸度计，配有玻璃电极和饱和甘汞电极。

3.6 电磁搅拌器。

3.7 搅棒，以聚四氟乙烯密封的小钢棒。

## 4 试样

试样应通过0.125mm筛孔。

## 5 分析步骤

## 5.1 试样量

称取0.5000g试样。

## 5.2 空白试验

随同试样做空白试验。

## 5.3 测定

5.3.1 将试样(5.1)置于250mL锥形瓶中，加入10mL硝酸(2.3)，缓慢加热，加入20mL盐酸(2.4)、0.2mL氢氟酸(2.2)，继续在低温加热使试样溶解。

5.3.2 取下锥形瓶，稍冷却，加入10mL高氯酸(2.1)，加热直至冒高氯酸浓烟，继续加热至呈糖浆稠状并且二氧化锰开始析出，取下锥形瓶，冷却。

5.3.3 向锥形瓶(5.3.2)中加入20mL盐酸(2.6)，低温加热至溶液清亮，用水仔细地冲洗瓶壁并继续加热数分钟，加入100mL热水，冷却至室温。溶液移入250mL容量瓶中，用水冲洗锥形瓶内壁，冷却，以水稀释至刻度，摇匀。

5.3.4 移取50.00mL溶液(5.3.3)于500mL烧杯中，用水稀释至100mL，加入250mL焦磷酸钠饱和溶液(2.7)，将盛有待测溶液的烧杯置于电磁搅拌器(3.6)上，放入搅棒(3.7)。

## GB 7730.1—87

5.3.5 启动电磁搅拌器,用酸度计(3.5)逐滴加入盐酸(2.5),调节溶液至 pH6.5~7.0。取出电极并用水充分洗涤。

试样中若含铬,应在调节 pH 值30 min 后再进行滴定。

5.3.6 向溶液中插入铂电极(3.4)和饱和甘汞电极或银电极(3.4)。开动电磁搅拌器(3.6),用高锰酸钾标准溶液(2.9)缓慢滴定至观察到电位滴定仪(3.4)的指示至少增加100 mV 时即为终点。

关闭电磁搅拌器(3.6)。

## 6 分析结果的计算

按下式计算锰的百分含量:

$$\text{Mn}(\%) = \frac{T(V_2 - V_0)}{m} \times \frac{250}{50} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:  $T$ ——高锰酸钾标准溶液对锰的滴定度, g/mL;

$V_2$ ——滴定试样溶液时消耗高锰酸钾标准溶液的体积, mL;

$V_0$ ——随同试样所做空白试验消耗高锰酸钾标准溶液的体积, mL;

$m$ ——试样量, g。

## 7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

		%
锰 量	允 许 差	
50~95	0.40	

### 附加说明:

本标准由新余钢铁厂负责起草。

本标准主要起草人谢国铮、张水梅。

自本标准实施之日起,原冶金工业部部标准 YB 80—65《锰铁及高炉锰铁化学分析方法》作废。

本标准水平等级标记 GB 7730.1—87 I