



中华人民共和国国家标准

GB/T 13748.1~13748.10—92

镁及镁合金化学分析方法

Methods for chemical analysis
of magnesium and magnesium alloys

1992-11-05发布

1993-06-01实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

镁及镁合金化学分析方法 高碘酸盐分光光度法测定锰量

GB/T 13748.2—92

Magnesium and its alloys—
Determination of manganese content—
Periodate spectrophotometric method

第一篇 方法一

本标准等效采用国际标准 ISO 2353—1972《镁和镁合金——含锆、稀土、钍和银的镁合金中锰量的测定——高碘酸盐分光光度法》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了镁合金(含锆、稀土)中锰含量的测定方法。

本标准适用于镁合金(含锆、稀土)中锰含量的测定。测定范围¹⁾:0.1%~2.7%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 7729 冶金产品化学分析 分光光度法通则

3 方法原理

试料以硫酸溶解,在氟硼酸及硝酸存在下,用高碘酸钾将锰(Ⅱ)氧化到锰(Ⅶ)。于分光光度计波长 545 nm 处测量其吸光度。

4 试剂

4.1 高碘酸钾。

4.2 硝酸(ρ 1.40 g/mL):此酸应不含氮的氧化物。将硝酸煮沸 3~5 min 或通入二氧化碳气流以除去氮的氧化物。

4.3 硫酸(1+3)。

4.4 氟硼酸溶液(1+99):取 10 mL 氟硼酸(40%)用水稀释至 1 000 mL。

4.5 去还原剂的水:将分析用水加热煮沸,每升用 10 mL 硫酸(4.3)酸化,加少许高碘酸钾(4.1),继续煮沸约 10 min。

4.6 亚硝酸钠溶液(20 g/L):用时现配。

采用说明:

1) 原国际标准测定范围为 0.002%~0.2%。

4.7 锰标准贮存溶液:按下述方法之一制备。

4.7.1 称取 2.877 g 高锰酸钾置于 400 mL 高型烧杯中,用约 200 mL 水溶解,加入 40 mL 硫酸(4.3)、适量亚硫酸钠或过氧化氢($\rho=1.10$ g/mL)还原高锰酸,煮沸除去过量的二氧化硫或过氧化氢,冷却。移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锰。

4.7.2 取适量电解锰置于盛有 60~80 mL 硫酸(4.3)和约 100 mL 水的烧杯中,摇动数分钟,弃去酸溶液,以水洗涤数次,再用丙酮倾洗 1~2 次。在 100℃ 恒温箱中烘干约 2 min,置于干燥器中冷却。然后称取 1.000 0 g 电解锰于 400 mL 高型烧杯中,加 40 mL 硫酸(4.3)溶解。加约 80 mL 水煮沸数分钟,冷却。移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锰。

4.8 锰标准溶液:移取 10.0 mL 锰标准贮存溶液(4.7)于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 锰。

5 仪器

分光光度计。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样。

表 1

锰含量, %	试料, g	硫酸(4.3), mL
0.05~0.5	0.200 0	15
>0.5~2.7	0.500 0	10

6.2 空白试验

于铂皿中加入 20 mL 硝酸(4.2),蒸发至干,以少量温水溶解残渣,移入 250 mL 高型烧杯中,用水稀释至约 40 mL,加入 15 mL 硫酸(4.3)、5 mL 氟硼酸(4.4),以水稀释至约 60 mL,以下随同试料按 6.3.2 和 6.3.3 条进行。

6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 250 mL 高型烧杯中,盖上表皿。按表 1 慢慢加入硫酸(4.3),待试样溶解完全后,加入 20 mL 硝酸(4.2)、5 mL 氟硼酸(4.4),以水稀释至约 60 mL。

当锰含量大于 0.5% 时,将溶解完全后的试液移入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。分取 10.0 mL 试液于原烧杯中,加入 15 mL 硫酸(4.3)、20 mL 硝酸(4.2)、5 mL 氟硼酸(4.4),以水稀释至约 60 mL。

6.3.2 将试液(6.3.1)煮沸 1~2 min,稍冷,加入 0.5 g 高碘酸钾(4.1),继续煮沸 3 min,在近沸下保温 10 min,冷却。移入 100 mL 容量瓶中,用去还原剂的水(4.5)稀释至刻度,混匀。

6.3.3 移取部分显色溶液(6.3.2)于 1 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(4.6)至紫色刚好褪去,移取其溶液于另一吸收皿中为参比。于分光光度计波长 545 nm 处测量其吸光度。

6.3.4 减去随同试料的空白试验溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的锰量。

6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 移取 0, 1.00, 3.00, 6.00, 9.00, 12.0, 15.0 mL 锰标准溶液(4.8),分别置于一组 250 mL 高型烧杯中,加入 15 mL 硫酸(4.3)、20 mL 硝酸(4.2)、5 mL 氟硼酸(4.4),以下按 6.3.2 和 6.3.3 条进行。

GB/T 13748.2-92

6.4.2 减去试剂空白的吸光度,以锰量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算与表述

按公式(1)计算锰的百分含量:

$$\text{Mn}(\%) = \frac{m_1 \times V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \times V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: m_1 ——自工作曲线上查得的锰的质量, μg ;

V_0 ——试液总体积, mL;

V_1 ——分取试液体积, mL;

m_0 ——试料的质量, g。

8 允许差¹⁾

试验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

%

锰含量	允许差
0.100~0.300	0.020
>0.300~0.800	0.040
>0.800~1.50	0.05
>1.50~2.70	0.08

第二篇 方法二

本标准等效采用国际标准 ISO 809-1973《镁及镁合金锰量的测定——高碘酸盐分光光度法》。

9 主题内容与适用范围

本标准规定了镁及镁合金(不含锆、稀土或钍)中锰含量的测定方法。

本标准适用于镁及镁合金中锰含量的测定。测定范围:0.01%~0.8%。

10 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 7729 冶金产品化学分析 分光光度法通则

11 方法原理

试料以硫酸溶解,硝酸氧化,在磷酸存在下,用高碘酸钾将锰(II)氧化到锰(VI)。于分光光度计波长

采用说明:

1) 原国际标准没有允许差。

525 nm 处测量其吸光度。

12 试剂

12.1 高碘酸钾

12.2 硝酸(ρ 1.40 g/mL):此酸应不含氮的氧化物。将硝酸煮沸 3~5 min 或通二氧化碳气流以除去氮的氧化物。

12.3 磷酸(ρ 1.71 g/mL)。

12.4 氢氟酸(ρ 1.14 g/mL)。

12.5 硫酸(1+3)。

12.6 亚硝酸钠溶液(20 g/L):用时现配。

12.7 去还原剂的水:将分析用水加热煮沸,每升用 10 mL 硫酸(12.5)酸化,加少许高碘酸钾(12.1),继续煮沸约 10 min。

12.8 锰标准贮存溶液:按下述方法之一制备。

12.8.1 称取 2.877 g 高锰酸钾置于 400 mL 高型烧杯中,用约 200 mL 水溶解。加入 40 mL 硫酸(12.5),加入适量亚硫酸钠或过氧化氢(ρ 1.10 g/mL)还原高锰酸。煮沸除去过剩的二氧化硫或过氧化氢,冷却。移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锰。

12.8.2 取适量电解锰置于盛有 60~80 mL 硫酸(12.5)和约 100 mL 水的烧杯中,摇动数分钟,弃去酸溶液,以水洗涤数次,再用丙酮倾洗 1~2 次。在 100°C 恒温箱中烘干约 2 min,置于干燥器中冷却。然后称取 1.000 0 g 电解锰于 400 mL 高型烧杯中,加入 40 mL 硫酸(12.5)溶解,加入约 80 mL 水煮沸数分钟,冷却。移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锰。

12.9 锰标准溶液:移取 100.0 mL 锰标准贮存溶液(12.8)于 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 锰。

13 仪器

分光光度计。

14 分析步骤

14.1 试料

按表 3 称取试样。

表 3

锰含量, %	试料, g	硫酸(12.5) mL	硝酸(12.2) mL
0.01~0.05	1.000	25	25
>0.05~0.4	0.500 0	20	25
>0.4~0.8	0.500 0	10	5

14.2 空白试验

14.2.1 锰含量为 0.01%~0.05% 时,于铂皿中加入 25 mL 硝酸(12.2)和 5 mL 硫酸(12.5),蒸发至干,以少量温水溶解残渣。移入 250 mL 高型烧杯中,用水稀释至约 40 mL,加入 20 mL 硫酸(12.5)、

GB/T 13748.2-92

5 mL 磷酸(12.3)和 2~3 滴氢氟酸(12.4),以下随同试料按 14.3.3 及 14.3.4 条进行。

14.2.2 锰含量大于 0.05%~0.4%时,于铂皿中加入 25 mL 硝酸(12.2),蒸发至干,用少量温水溶解残渣。移入 250 mL 高型烧杯中,用水稀释体积约为 40 mL,加入 20 mL 硫酸(12.5)、5 mL 磷酸(12.3)和 2~3 滴氢氟酸(12.4),以下随同试料按 14.3.3、14.3.4 条进行。

14.2.3 锰含量大于 0.4%~0.8%时,于铂皿中加入 25 mL 硝酸(12.2),蒸发至干,用少量温水溶解残渣,加入 5 mL 硫酸(12.5),移入 100 mL 容量瓶中,冷却,以水稀释至刻度,混匀。移取 20.0 mL 溶液于 250 mL 高型烧杯中,用水稀释体积约为 40 mL,加入 15 mL 硫酸(12.5)、3 mL 硝酸(12.2)、5 mL 磷酸(12.3)和 2~3 滴氢氟酸(12.4),以下随同试料按 14.3.3、14.3.4 条进行。

14.3 测定

14.3.1 将试料(14.1)置于 250 mL 高型烧杯中,盖上表皿。加入 10 mL 水,然后按表 1 慢慢加入硫酸(12.5),待反应完全后,按表 3 加入硝酸(12.2)和 2~3 滴氢氟酸(12.4),煮沸数分钟,取下,冷却。

锰含量大于 0.4%~0.8%时,将上述试液移入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。移取 20.0 mL 试液于 250 mL 高型烧杯中,加入 15 mL 硫酸(12.5)、25 mL 硝酸(12.2)。

14.3.2 将试液(14.3.1)用水稀释至约 60 mL,加入 5 mL 磷酸(12.3)。

14.3.3 煮沸溶液,加入 0.5 g 高碘酸钾(12.1),煮沸 3 min,在近沸下保温 15 min,冷却。移入 100 mL 容量瓶中,用去还原剂的水(12.7)稀释至刻度,混匀。

14.3.4 移取部分显色溶液(14.3.3)于 1~3 cm 吸收皿中,向剩余的显色液中边搅动边滴加亚硝酸钠溶液(12.6)至紫色刚好褪去,移取其溶液于另一吸收皿中为参比。于分光光度计波长 525 nm 处测量其吸光度。

14.3.5 减去随同试料的空白试验溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的锰量。

14.4 工作曲线的绘制

14.4.1 移取 0, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00 mL 锰标准溶液(12.9)和 0, 1.00, 2.00, 5.00, 10.0, 15.0, 20.0 mL 锰标准溶液(12.9),分别置于两组 250 mL 高型烧杯中,用水稀释至约 20 mL,加入 15 mL 硫酸(12.5)、25 mL 硝酸(12.2)、5 mL 磷酸(12.3),以下按 14.3.3 及 14.3.4 条进行。

14.4.2 减去试剂空白溶液的吸光度,以锰量为横坐标,吸光度为纵坐标,分别绘制锰含量为 0.01%~0.05%和 >0.05%~0.8%的两条工作曲线。

15 分析结果的计算与表述

按公式(2)计算锰的百分含量:

$$\text{Mn}(\%) = \frac{m_1 \times V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \times V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: m_1 ——自工作曲线上查得的锰的质量, μg ;

V_0 ——试液总体积, mL;

V_1 ——分取试液体积, mL;

m_0 ——试料的质量, g。

16 允许差¹⁾

实验室之间分析结果的差值应不大于表 4 所列允许差。

采用说明:

1) 原国际标准没有允许差。

GB/T 13748.2—92

表 4

%

锰 含 量	允 许 差
0.010~0.030	0.003
>0.030~0.100	0.008
>0.100~0.300	0.020
>0.300~0.800	0.040

附加说明:

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由东北轻合金加工厂、郑州轻金属研究院负责起草。

本标准由洛阳铜加工厂起草。

本标准主要起草人赵修彦起草第一篇,董著华起草第二篇。

自本标准实施之日起,原冶金工业部标准 YB 903—78《变形镁合金化学分析方法》作废。