

中华人民共和国国家标准

钨铁化学分析方法
高碘酸钠光度法测定锰量UDC 669.15'27
:543.06

GB 7731.2—87

Methods for chemical analysis of ferrotungsten
The sodium periodate photometric method for
the determination of manganese content

本标准适用于钨铁中锰量的测定。测定范围小于0.50%。

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》。

1 方法提要

试样以硝酸、氢氟酸分解,用硫酸处理冒白烟后,以温水溶解可溶性盐类,分离钨酸后,以高碘酸钠将锰氧化成高锰酸,测量其吸光度。

2 试剂

2.1 高碘酸钠(固体)。

2.2 氢氟酸($\rho=1.15\text{g/mL}$)。

2.3 硝酸(1+1)。

2.4 硫酸(1+1)。

2.5 磷酸($\rho=1.70\text{g/mL}$)。

2.6 不含有机物的水:在1 000mL 水中加入20mL 硫酸(2.4),边保持沸腾状态边加入少量高碘酸钠(2.1),并保持约10min。

2.7 基准纯铁(锰含量小于0.005%)。

2.8 锰标准溶液(0.10mg Mn/mL):称取0.100 0g 锰(纯度为99.95%以上的电解锰,将电解锰放在硫酸(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涤,再放在无水乙醇中洗4~5次,取出放在干燥器中干燥后即可使用),加入20mL 盐酸(1+1)和20mL 硫酸(2.4),加热溶解,继续加热蒸发至冒硫酸白烟赶除盐酸,冷却后以水稀释至1 000mL。

3 试样

试样应通过0.088mm 筛孔。

4 分析步骤

4.1 试样量

称取1.000 0g 试样。

4.2 空白试验

随同试样做空白试验。

4.3 测定

中华人民共和国冶金工业部 1987-03-31 批准

1988-03-01 实施

GB 7731.2-87

4.3.1 将试样(4.1)置于铂皿中,加入10mL 硝酸(2.3),滴加氢氟酸(2.2)待试样分解后,加入15mL 硫酸(2.4)小心加热溶解,硫酸冒白烟约10min。放冷后,加温水至溶液体积约为50mL,加热溶解可溶性盐类,冷却至室温后,移入100mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

4.3.2 将试液(4.3.1)干过滤于300mL 烧杯中,分取50.00mL 溶液移入200mL 烧杯中,加入5mL 磷酸(2.5)和0.5g 高碘酸钠(2.1)加热煮沸3min,使生成高锰酸的颜色(若锰含量低可煮沸5~10min),以流水冷却至室温,移入100mL 容量瓶中,以不含有机的水(2.6)稀释至刻度,混匀。

4.3.3 将部分溶液(4.3.2)移于比色皿中,在波长530nm 处,以水为参比液,测量吸光度。

4.3.4 减去随同试样空白吸光度,从工作曲线上查出相应的锰量。

4.4 工作曲线的绘制

移取0.1.00、5.00、10.00、15.00、20.00、25.00mL 锰标准溶液(2.8),分别置于一组100mL 烧杯中,各加入0.200 0g 基准纯铁(2.7)、10mL 硝酸(2.3)和10mL 硫酸(2.4),缓慢加热分解,继续加热至冒硫酸白烟5~7min。放冷后,加温水至溶液体积约为50mL。加热使盐类溶解,以下按分析步骤4.3.2款中自“加入5mL 磷酸(2.5)”至4.3.3款进行。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。

5 分析结果的计算

按下式计算锰的百分含量:

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

式中: m_1 ——从工作曲线上查得的锰量,g;

m_0 ——试样量,g;

r ——试样溶液分取比。

6 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
0.2~0.50	0.02

附加说明:

本标准由吉林铁合金厂负责起草。

自本标准实施之日起,原冶金工业部标准 YB 583—65《钨铁化学分析方法》作废。

本标准水平等级标记 GB 7731.2-87 I