中华人民共和国国家标准

UDC 669.245-492.2
:543.062

GB 8638.5—88

镍基合金粉化学分析方法
高碘酸钠(钾)氧化分光光度法测定锰量

Nickel base alloy powder— Determination manganese content — Sodium(potassium periodate spectrophotometric method

本标准适用于镍基合金粉末中锰量的测定。测定范围:0.01%～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》。

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，于分光光度计波长530 nm 处测量其吸光度。

2 试剂

2.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

2.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

2.3 氢氟酸(ρ 1.15 g/mL)。

2.4 硫酸(1+1)。

2.5 亚硝酸钠溶液(1%)。

2.6 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)混合。

2.7 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(2.2),温热溶解,冷却,用水稀释至 100 mL。

2.8 锰标准溶液:称取 0.500 0 g 电解锰(99.9%)〔电解锰处理方法: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,再用无水乙醇洗 4～5 次,取出,放在干燥器中干燥后备用〕置于 250 mL 烧杯中,加 20 mL 硝酸(1+3)、加热溶解,煮沸驱尽氮的氧化物,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 μg 锰。

2.9 锰标准溶液:移取 20 mL 锰标准溶液(2.8)置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 锰。

2.10 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),继续加热煮沸几分钟,冷却后备用。

3 仪器

分光光度计。

4 分析步骤

4.1 测定次数

平行测定两次,取其平均值。

中国有色金属工业总公司 1988-01-11 批准　　1989-01-01 实施

4.2 试样量

称取 0.100 0～0.500 0 g 试样。

4.3 测定

4.3.1 将试样（4.2）置于 150 mL 锥形瓶中，加 15 mL 盐酸（2.1）、2 mL 硝酸（2.2），低温加热溶解〔难溶试样可滴加氢氟酸(2.3)助溶〕。

4.3.2 加 10 mL 磷酸－高氯酸混合酸（2.6），加热蒸发至冒高氯酸烟（含铬试样需将铬氧化），稍冷，加 10 mL 硫酸（2.4），用水稀释至约 40 mL，加 10 mL 高碘酸钠（钾）溶液（2.7），加热煮沸并保持 2～3 min(防止试液溅出)，冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用不含还原物质的水(2.10)稀释至刻度，混匀。

4.3.3 移取部分显色溶液（4.3.2）于 1～3 cm 比色皿中，向剩余的显色液中边摇动边滴加亚硝酸钠溶液(2.5)至紫色刚好退去，移取其溶液于另一比色皿中为参比。

4.3.4 于分光光度计波长 530 nm 处，测量其吸光度，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、0.50、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00 mL 锰标准溶液（2.9），含锰量大于 0.5%时，移取 0、2.00、2.50、3.00、3.50、4.00 mL 锰标准溶液（2.8），分别置于一组 150 mL 锥形瓶中，以下按 4.3.2～4.3.3 款进行。于分光光度计波长 530 nm 处测量其吸光度，以锰量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

5 分析结果的计算

按式(1)计算锰的百分含量：

$$Mn(\%)=\frac{m_1\times10^{-6}}{m_0}\times100 \quad\cdots\cdots(1)$$

式中：m_1 ——从工作曲线上查得的锰量，μg；

m_0 ——称样量，g；

6 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1 %

锰 量	允 许 差
0.010～0.050	0.004
>0.050～0.100	0.008
>0.10～0.50	0.02
>0.50～1.00	0.04
>1.00～2.00	0.05

附加说明：

本标准由冶金工业部钢铁研究总院负责起草。

本标准由冶金工业部钢铁研究总院起草。

本标准主要起草人杨秋萍、胡晓燕。