



中华人民共和国国家标准

GB/T 5686.1—2008

代替 GB/T 5686.1—1988、GB/T 7730.1—2002、GB/T 8654.7—1988

锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰 锰含量的测定 电位滴定法、硝酸铵 氧化滴定法及高氯酸氧化滴定法

Ferromanganese, ferromanganese-silicon, nitrogen-bearing ferromanganese and manganese metal—Determination of manganese content—Potentiometric method and titrimetric method after ammonium nitrate & perchloric acid oxidation

2008-05-13 发布

2008-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本部分是对 GB/T 5686.1—1988《锰硅合金化学分析方法 电位滴定法测定锰量》、GB/T 7730.1—2002《锰铁及高炉锰铁 锰含量的测定 电位滴定法和硝酸铵氧化滴定法》和 GB/T 8654.7—1988《金属锰化学分析方法 电位滴定法测定锰量》的整合修订。

本部分代替 GB/T 5686.1—1988、GB/T 7730.1—2002、GB/T 8654.7—1988。

本部分与 GB/T 7730.1—2002、GB/T 5686.1—1988、GB/T 8654.7—1988 比较,主要变化如下:

- 方法适用范围由铁及高炉锰铁扩展到包括锰铁合金、锰硅合金和金属锰;
- 电位滴定法中 300mL 锥形瓶溶解试料改为由聚四氟乙烯烧杯或铂金皿;增加了锰硅合金溶解试料所用氢氟酸的量;
- 硝酸铵氧化滴定法中试料量由 0.1 g 修改为 0.2 g;
- 硝酸铵氧化滴定法中重铬酸钾标准溶液、硫酸亚铁铵标准滴定溶液浓度由约 0.035 mol/L 修改为 0.064 mol/L;
- 增加了“高氯酸氧化滴定法”。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由冶金工业信息标准研究院归口。

本部分起草单位:江西新余钢铁有限责任公司。

本部分主要起草人:方法一:段清国、周恒英、付志军、吴迎红;

方法二:付韬、曾波、王琴、姚汝胜;

方法三:曾波、王晓霞、涂昀、余桃香。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 5686.1—1988;
- GB/T 7730.1—2002;
- GB/T 8654.7—1988。

锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰 锰含量的测定 电位滴定法、硝酸铵 氧化滴定法及高氯酸氧化滴定法

警告:使用本部分的人员应有正规实验室工作实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本部分规定了用电位滴定法、硝酸铵氧化滴定法和高氯酸氧化滴定法测定锰含量。

本部分适用于锰铁、高炉锰铁、锰硅、氮化锰铁及金属锰中锰含量的测定,测定范围(质量分数):50.00%~98.00%。方法一不适合于铬、钒含量(质量分数)>0.4%的锰铁及高炉锰铁、锰硅、氮化锰铁及金属锰中锰含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备

3 方法一 电位滴定法

3.1 原理

试料用硝酸、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含量。其反应式如下:



3.2 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水。

3.2.1 高氯酸,ρ1.67 g/mL。

3.2.2 氢氟酸,ρ1.15 g/mL。

3.2.3 硝酸,ρ1.42 g/mL。

3.2.4 盐酸,ρ1.19 g/mL。

3.2.5 盐酸,1+2。

3.2.6 盐酸,1+4。

3.2.7 焦磷酸钠饱和溶液:称取 145 g 焦磷酸钠($\text{Na}_2\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$),置于 2 000 mL 锥形瓶中,加约 1 000 mL 温水,在不断搅拌下低温加热(局部温度不允许超过 60℃),直至试剂完全溶解为止,冷却。用时配制。

3.2.8 高锰酸钾(重结晶)

称取 50 g 高锰酸钾于带磨口的 500 mL 锥形瓶(3.3.1)中,加入 200 mL 热水使之溶解。将锥形瓶(3.3.1)与回流冷凝器(3.3.2)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。