

UDC 669.245-492.2 : 543.062
H 16



中华人民共和国国家标准

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)

1988-01-11 发布

1989-01-01 实施

国家 标 准 局 发 布

中华人民共和国国家标准

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

UDC 669.245-492.2
·543.062

GB 8638.5—88

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 μ g 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 μ g 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。