

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 539.5—2009
代替 YS/T 539.5—2006

镍基合金粉化学分析方法 第 5 部分：锰量的测定 高碘酸钠(钾)氧化分光光度法

Methods for chemical analysis of nickel base alloy powder—
Part 5: Determination of manganese content—
Sodium(potassium) periodate spectrophotometry

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

前 言

YS/T 539《镍基合金粉化学分析方法》共分为 13 个部分：

- 第 1 部分：硼量的测定 酸碱滴定法；
- 第 2 部分：铝量的测定 铬天青 S 分光光度法；
- 第 3 部分：硅量的测定 高氯酸脱水称量法；
- 第 4 部分：铬量的测定 过硫酸铵氧化滴定法；
- 第 5 部分：锰量的测定 高碘酸钠(钾)氧化分光光度法；
- 第 6 部分：铁量的测定 三氯化钛-重铬酸钾滴定法；
- 第 7 部分：钴量的测定 亚硝基 R 盐分光光度法；
- 第 8 部分：铜量的测定 新亚铜灵-三氯甲烷萃取分光光度法；
- 第 9 部分：铜量的测定 硫代硫酸钠碘量法；
- 第 10 部分：钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法；
- 第 11 部分：钨量的测定 辛可宁称量法；
- 第 12 部分：磷量的测定 正丁醇-三氯甲烷萃取分光光度法；
- 第 13 部分：氧量的测定 脉冲加热惰气熔融-红外线吸收法。

本部分是 YS/T 539 的第 5 部分。

本部分代替 YS/T 539.5—2006《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》。

本部分与 YS/T 539.5—2006 相比较主要变化如下：

- 增加了前言；
- 补充了重复性限。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位：北京有色金属研究总院、西安锐坚金属有限责任公司。

本部分起草单位：北京有色金属研究总院、钢铁研究总院。

本部分主要起草人：张英新、杨秋萍、胡晓燕。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 8638.5—1988；
- YS/T 539.5—2006。

镍基合金粉化学分析方法

第5部分:锰量的测定

高碘酸钠(钾)氧化分光光度法

1 范围

YS/T 539 的本部分规定了镍基合金粉中锰含量的测定方法。

本部分适用于镍基合金粉中锰含量的测定,测定范围:0.01%~2%。

2 方法提要

试料经混合酸溶解后,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。

3 试剂

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去离子水或相当纯度的水。

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.3 氢氟酸(ρ 1.15 g/mL)。

3.4 硫酸(1+1)。

3.5 亚硝酸钠溶液(10 g/L)。

3.6 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。

3.7 高碘酸钠(钾)溶液(50 g/L):称取 5 g 高碘酸钠(钾)置于 250 mL 烧杯中,加 60 mL 水、20 mL 硝酸(3.2)温热溶解,冷却,用水稀释至 100 mL。

3.8 锰标准溶液 A:称取 0.500 0 g 电解锰($w_{Mn} \geq 99.9\%$)[电解锰处理方法:将电解锰放在硫酸(1+19)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。

3.9 锰标准溶液 B:移取 20.00 mL 锰标准溶液 A(3.8)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。

3.10 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,加几滴高碘酸钠(钾)溶液(3.7),继续加热煮沸几分钟,冷却后备用。

4 仪器

分光光度计。

5 分析步骤

5.1 试料

称取 0.10 g~0.50 g 试样,精确至 0.000 1 g。

5.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。