



中华人民共和国国家标准

GB/T 5686.1—2022

代替 GB/T 5686.1—2008

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, titrimetric method after ammonium nitrate oxidation and titrimetric method after perchloric acid oxidation

2022-10-12 发布

2023-02-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是 GB/T 5686 的第 1 部分。GB/T 5686 已经发布了以下部分：

- 第 1 部分：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；
- 第 2 部分：锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰 硅含量的测定 钼蓝光度法、氟硅酸钾滴定法和高氯酸重量法；
- 第 4 部分：锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰 磷含量的测定 钼蓝分光光度法和铋磷钼蓝分光光度法；
- 第 5 部分：锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰 碳含量的测定 红外线吸收法、气体容量法、重量法和库仑法；
- 第 7 部分：锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰 硫含量的测定 红外线吸收法和燃烧中和滴定法。

本文件代替 GB/T 5686.1—2008《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》，与 GB/T 5686.1—2008 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了适用范围(见第 1 章,2008 年版的第 1 章)；
- b) 方法一用焦磷酸钾溶液替代焦磷酸钠饱和溶液(见 4.2.10,2008 年版的 3.2.7)；
- c) 增加了方法一中用锰标准溶液标定高锰酸钾标准滴定溶液的内容(见 4.2.13,2008 年版的 3.2.9.2)；
- d) 增加了方法一中对电位滴定仪和酸度计的表述(见 4.3.4 和 4.3.5,2008 年版的 3.3.4 和 3.3.5)；
- e) 更改了方法一中滴定前溶液酸度 pH 值(见 4.5.4.5,2008 年版的 3.5.3.5)；
- f) 更改了允许差内容(见 4.7,5.7,6.7,2008 年版的 3.7,4.7,5.7)；
- g) 增加了规范性附录“试样分析结果接受程序流程图”(见附录 A)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国钢铁工业协会提出。

本文件由全国生铁及铁合金标准化技术委员会(SAC/TC 318)归口。

本文件起草单位：鄂尔多斯市西金矿冶有限责任公司、内蒙古鄂尔多斯电力冶金集团股份有限公司、四川川投峨眉铁合金(集团)有限责任公司、新余钢铁股份有限公司、中信锦州金属股份有限公司、吉铁铁合金有限责任公司、河北津西国际贸易有限公司、冶金工业信息标准研究院。

本文件主要起草人：徐文高、马宁、刘鹏、张鹏达、苏杰、方艳、陈刚、吕雪梅、崔玉文、曾波、王敏、刘慧芬、王天才、李京霖、刘冰、吴银军、叶小爽、卢春生、张晨。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 1985 年首次发布为 GB 5686.1—1985,1988 年第一次修订；
- 2008 年第二次修订时，并入了 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》、GB/T 8654.7—1988《金属锰化学分析方法 电位滴定法测定

GB/T 5686.1—2022

锰量》的内容(GB/T 7730.1—2002 的历次版本发布情况为:GB/T 7730.1—1987《锰铁及高炉
锰铁化学分析方法 电位滴定法测定锰量》);
——本次为第三次修订。

引 言

由于锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰等锰系铁合金检测过程中涉及到的检测元素较多,元素的适用范围以及适用方法各不相同。为了保证锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰检测标准的方便及准确,针对锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰不同元素的分析方法,已经建立了支撑锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰检测的国家标准体系。GB/T 5686 锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰系列分析方法是我国锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰检测的基础标准,由以下五个部分构成。

- 第1部分: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。目的在于测量锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰中的锰含量,采用电位滴定法、硝酸铵氧化滴定法和高氯酸氧化滴定法。
- 第2部分:锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰 硅含量的测定 钼蓝光度法、氟硅酸钾滴定法和高氯酸重量法。目的在于测量锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰中的硅含量,采用钼蓝光度法、氟硅酸钾滴定法和高氯酸重量法。
- 第4部分:锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰 磷含量的测定 钼蓝分光光度法和铋磷钼蓝分光光度法。目的在于测量锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰中的磷含量,采用钼蓝分光光度法和铋磷钼蓝分光光度法。
- 第5部分:锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰 碳含量的测定 红外线吸收法、气体容量法、重量法和库仑法。目的在于测量锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰中的碳含量,采用红外线吸收法、气体容量法、重量法和库仑法。
- 第7部分:锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰 硫含量的测定 红外线吸收法和燃烧中和滴定法。目的在于测量锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰中的硫含量,采用红外线吸收法和燃烧中和滴定法。

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

警示——使用本文件的人员应具有正规实验室工作实践经验。本文件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

本文件描述了采用电位滴定法、硝酸铵氧化滴定法和高氯酸氧化滴定法测定锰铁、锰硅合金、氮化锰铁及金属锰中的锰含量的方法。

本文件适用于锰铁、锰硅合金、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%。方法一不适用于铬、钒含量(质量分数)大于0.4%的锰铁、锰硅合金、氮化锰铁及金属锰中锰含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备

GB/T 6379.1 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第1部分：总则与定义

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶

GB/T 12807 实验室玻璃仪器 分度吸量管

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法一 电位滴定法

4.1 原理

试料用盐酸、硝酸、高氯酸和氢氟酸分解，在中性焦磷酸钾介质中，用高锰酸钾标准溶液电位滴定测定锰含量。其中，锰(II)离子被氧化，高锰酸根离子被还原，生成锰(III)的焦磷酸盐络合物，锰(II)离子