

前 言

本标准代替 GB/T 051—1993《电解金属锰》。

本标准与 YB/T 051—1993 相比主要变化如下：

- 适用范围增加了“化工、电子材料”行业；
- 引用文件均采用了现行的国家标准；
- 牌号和化学成分有较大修改，取消 DJMn99.5 牌号；纳入 DJMnA、DJMnB、DJMnC 3 个新牌号；调整原标准中 DJMn99.8、DJMn99.7 两个牌号的化学成分；
- 增加 Se($\leq 0.0010\%$)化学成分分析方法；
- 增加编织袋包装；
- 取消原标准的附录 A；
- 增加资料性附录“高碘酸钾催化极谱法测定痕量硒”(见附录 A)。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由冶金工业信息标准研究院归口。

本标准起草单位：全国锰业技术委员会、遵义新地锰业有限责任公司、广西大锰锰业有限公司、遵义天磁锰业有限责任公司、冶金工业信息标准研究院。

本标准主要起草人：冯子勇、刘政远、李维健、卿文、张瑞香。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 3418—1982、YB/T 051—1993。

电 解 金 属 锰

1 范围

本标准规定了电解金属锰技术要求、试验方法、检验规则、包装、储运、标志和质量证明书。

本标准适用于冶炼特殊钢、化工、电子材料及有色金属合金作为锰元素添加剂等用的电解金属锰。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。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标准,然而,鼓励根据本标准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标准。

GB/T 3650 铁合金验收、包装、储运、标志和质量证明书的一般规定

GB/T 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备

GB/T 8654.1 金属锰化学分析方法 邻二氮杂菲光度法测定铁量

GB/T 8654.3 金属锰化学分析方法 钼蓝光度法测定硅量

GB/T 8654.5 金属锰化学分析方法 钼蓝光度法测定磷量

GB/T 8654.6 金属锰化学分析方法 盐酸联氨-碘量法测定硒量

GB/T 8654.8 金属锰化学分析方法 红外线吸收法测定碳量

GB/T 8654.10 金属锰化学分析方法 红外线吸收法测定硫量

GB/T 8654.11 金属锰化学分析方法 燃烧中和滴定法测定硫量

3 牌号表示方法

电解金属锰的牌号由代表电解金属锰的汉语拼音字母(DJ)、主元素 Mn、质量等级符号(A、B、C、D) 3个部分按顺序排列。

例如:DJMnA

其中:

DJ——电解金属锰的“电解”二字汉语拼音的首位字母;

Mn——电解金属锰的主元素;

A——质量等级符号。

4 技术要求

4.1 牌号和化学成分

4.1.1 电解金属锰按锰及杂质含量的不同,分为4个牌号,其化学成分应符合表1的规定。

表1 电解金属锰的牌号及化学成分

牌号	化学成分(质量分数)/%						
	Mn	C	S	P	Si	Se	Fe
	不小于	不大于					
DJMnA	99.95	0.01	0.03	0.001	0.002	0.000 3	0.006
DJMnB	99.9	0.02	0.04	0.002	0.004	0.001	0.01

表 1(续)

牌号	化学成分(质量分数)/%						
	Mn	C	S	P	Si	Se	Fe
	不小于	不大于					
DJMnC	99.88	0.02	0.02	0.002	0.004	0.06	0.01
DJMnD	99.8	0.03	0.04	0.002	0.01	0.08	0.03

注: 锰含量由减量法减去产品中表列杂质含量总和得到, 即 $w(\text{Mn})=100-[w(\text{C}+\text{S}+\text{P}+\text{Si}+\text{Se}+\text{Fe})](\%)$ 。

4.1.2 电解金属锰用于生产三氧化二锰时, 应测定 K、Na、Ca、Mg, 具体要求由供需双方另行协商。

4.1.3 需方对表 1 以外的化学成分有特殊要求时, 可由供需双方另行协商。

4.2 物理状态

4.2.1 电解金属锰呈银白色或浅棕色, 但不允许发黑, 产品中不允许有外来夹杂物。

4.2.2 电解金属锰以片状交货, 小于 $3\text{ mm}\times 3\text{ mm}$ 的数量应不超过总重量的 15%。

4.2.3 电解金属锰以粉状交货, 具体要求由供需双方另行协商。

5 试验方法

5.1 取样与制样

电解金属锰化学分析用试样的采取和制备按 GB/T 4010 规定进行。

5.2 化学分析方法

电解金属锰化学分析方法应符合表 2 的规定。

表 2 电解金属锰的化学分析方法

序号	元素	分析方法
1	C	按 GB/T 8654.8 规定进行
2	S	按 GB/T 8654.10 或 GB/T 8654.11 规定进行
3	P	按 GB/T 8654.5 规定进行
4	Si	按 GB/T 8654.3 规定进行
5	Se	$w(\text{Se}) > 0.001\%$ 时, 按 GB/T 8654.6 规定进行; $w(\text{Se}) \leq 0.001\%$ 时按附录 A 规定进行或按供需双方协商
6	Fe	按 GB/T 8654.1 规定进行

6 检验规则

6.1 质量检查和验收

电解金属锰的质量检查和验收由供方技术监督部门进行, 需方有权按规定对其质量进行验收, 如有异议, 应在到货 45 d 内提出。

6.2 组批

电解金属锰应成批交货, 每批由同一牌号组成, 交货批量大小由供需双方协定。

7 包装、储运、标志和质量证明书

7.1 包装

产品宜采用内层塑料袋外层铁桶或内层塑料袋外层编织袋包装, 铁桶装净重 100 kg 或 250 kg, 编织袋装净重 1 000 kg。

特殊包装,由供需双方另协商。

7.2 储运

7.2.1 储存

电解金属锰入库应分牌号、批号在室内存放,避免与酸、碱等化学物品接触,防止潮湿。

7.2.2 运输

电解金属锰的发运宜用篷车,如敞车发运时,需用帆布盖好,严防渗水,运输过程中应防止撞击。

7.3 标志与质量证明书

电解金属锰产品的标志和质量证明书应符合 GB/T 3650 的规定。

附 录 A
(资料性附录)

高碘酸钾催化极谱法测定痕量硒

A.1 范围

本附录规定了高碘酸钾催化极谱法测定痕量硒的原理、试剂和材料、分析步骤、结果计算、允许差。本附录适用于电解金属锰中痕量硒的测定。测定范围(质量分数):0.000 05%~0.001 5%。

A.2 原理

试样经硝酸、盐酸、高氯酸分解,并在酸性溶液中将 SeO_3^{2-} 转化为 SeSO_3^{2-} ,用柠檬酸和 EDTA 消除 Hg、Sb 和 Sn 等元素的干扰,在 IO_4^- 存在的氨性底液中直接用催化极谱法测定硒。

A.3 试剂和材料

除非另有说明,在分析中应使用确认为优级纯的试剂和蒸馏水或纯度相当的水。

A.3.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

A.3.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

A.3.3 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。

A.3.4 亚硫酸钠溶液(150 g/L)。

A.3.5 高碘酸钾溶液(2.5 g/L)。

A.3.6 混和溶液:2 g 柠檬酸、3 g EDTA、15 g~20 g 氯化氨和 60 mL 氨水(ρ 0.09 g/mL)于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

A.3.7 硒标准溶液 A:称取 0.100 0 g 纯硒(99.99%)于 50 mL 烧杯中,在水浴上加热,加入 20 mL 硝酸(A.3.1),溶解完全后,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度、混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 硒。

A.3.8 硒标准溶液 B:移取上述溶液(A.3.7) 10 mL 入 1 000 mL 容量瓶中,加入 10 mL 硝酸(A.3.1),以水稀释至刻度、混匀。此溶液 1 mL 含 1 μg 硒。再同样稀释操作,此溶液 1 mL 含 0.01 μg 硒。

A.4 分析步骤

A.4.1 测定

称取 0.100 0 g 试样于 25 mL 烧杯中,加入 1 mL 高氯酸(A.3.3)、6 mL~7 mL 硝酸(A.3.1)和 1 mL 盐酸(A.3.2),盖上表面皿、加热分解并蒸发冒烟,直至体积约为 0.5 mL 时取下,稍冷后约 10 mL 水洗入 25 mL 比色管中,加入 2 mL 亚硫酸钠溶液(A.3.4)摇匀,加盖放置 30 min,加 5 mL 混合溶液(A.3.6)和 2 mL 高碘酸钾溶液(A.3.5),以水稀释至刻度,混匀。放置 30 min 后于起始电位 0.6 V 扫描作示波导数极谱图,从工作曲线上查得硒量。

A.4.2 工作曲线的绘制

分别移取含 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、16.00 mL 硒标准溶液(A.3.8)于一组 25 mL 比色管中,加 0.5 mL 高氯酸(A.3.3),用水稀释到约为 10 mL,摇匀,加 2 mL 亚硫酸钠溶液(A.3.4),混匀,以下按 A.4.1 进行极谱测定。

以硒量为横坐标,导数极谱值为纵坐标绘制工作曲线。

A.5 结果计算

按式(A.1)计算试样中的硒含量(质量分数):

$$(Se)(\%) = m_1/m_2 \times 100 \quad \dots\dots\dots(A.1)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的硒量,单位为克(g);

m_2 ——试样量,单位为克(g)。

A.6 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 A.1 所列允许差。

表 A.1 允许差

%

硒含量(质量分数)	允许差(质量分数)
0.000 05~0.000 20	0.000 02
>0.000 20~0.000 50	0.000 05
>0.000 50~0.001 0	0.000 1
>0.001 0~0.001 5	0.000 3

A.7 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 鉴别试料、实验室和分析日期等资料;
- b) 遵守本方法规定的程度;
- c) 分析结果及其表示;
- d) 测定中观察到的异常现象;
- e) 对分析结果可能有影响而本标准未包括的操作,或者任选的操作。