

中华人民共和国国家标准

氧化锌（直接法）化学分析方法

高碘酸钾光度法测定锰量

UDC 661.847.22

:543.42

:546.711

GB 4372.4—84

Methods for chemical analysis of zinc oxide (direct process)

The potassium periodate photometric
method for the determination
of manganese content

本标准适用于氧化锌（直接法）中锰量的测定。测定范围：0.00005～0.0005%。

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

试样经稀硫酸溶解，加入适量硫酸铁，在有氧化剂存在下，以氢氧化铵使锰与铁共沉淀与大量锌分离，将沉淀溶解后在硫酸、磷酸介质中，以高碘酸钾将锰氧化至七价，呈现紫红色，于分光光度计波长520 nm处测量其吸光度。

显色溶液中存在100 μg以上铜、2 mg以上铅干扰测定、经分离后可消除干扰。

2 试剂

2.1 高碘酸钾。

2.2 过硫酸铵。

2.3 硫酸（1 + 3）。

2.4 磷酸（比重1.70）。

2.5 氢氧化铵（比重0.90）。

2.6 氢氧化铵（5 + 95）。

2.7 混合酸：硝酸（比重1.42）与硫酸（比重1.84）按等体积混匀。

2.8 过氧化氢—硫酸混合液：100 ml硫酸（2.3）中加入5 ml过氧化氢（比重1.10）。

2.9 高碘酸钾溶液（0.2%）。

2.10 硫酸铁溶液：称取7.2 g硫酸铁，加入10 ml硫酸（比重1.84）、300 ml水，加热溶解，冷却，用水稀释至1000 ml，混匀。

2.11 锰标准贮存溶液：称取0.0791 g二氧化锰（99.9%以上），置于200 ml烧杯中，加入10 ml硝酸（比重1.42）、1 ml过氧化氢（比重1.10），微热使之溶解。加入50 ml水，煮沸，冷却，移入500 ml容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含0.10 mg锰。

2.12 锰标准溶液：移取10.00 ml锰标准贮存溶液（2.11），置于100 ml容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含0.01 mg锰。

3 仪器

分光光度计。

4 试样

试样预先在105~110℃烘2h,置于干燥器中冷至室温。

5 分析步骤

5.1 测定数量

分析时应称取两份试样进行测定,取其平均值。

5.2 试样量

称取10.00g试样。

5.3 空白试验

随同试样做空白试验。

5.4 测定

5.4.1 将试样(5.2)置于300ml烧杯中,以水润湿,加入10ml硫酸铁溶液(2.10)、50ml硫酸(2.3),立即搅动使勿结块,加热溶解,加水至体积约为150ml,煮沸2min。

5.4.2 稍冷,用氢氧化铵(2.5)中和至生成的氢氧化锌沉淀全部溶解,而仍有棕褐色的氢氧化铁沉淀为止。煮沸后取下,加入1g过硫酸铵(2.2)继续煮沸2min,在温处放置10min〔如有白色沉淀,再加入氢氧化铵(2.5)使其溶解〕。用快速滤纸过滤。用热的氢氧化铵(2.6)洗涤烧杯及沉淀3~5次。弃去滤液。

5.4.3 用15ml过氧化氢-硫酸混合液(2.8)溶解沉淀于100ml烧杯中,以少量水洗涤原烧杯及滤纸直至无黄色(溶液不清亮时,可再过滤一次)。收集的溶液及洗液在电炉上蒸发至冒白烟,使残留溶液的体积为1~2ml〔此时如溶液呈暗褐色,则滴加1~2滴混合酸(2.7),以破坏有机物〕。取下冷却。

5.4.4 加入30ml水,2.0ml磷酸(2.4),煮沸,取下,加入0.5g高碘酸钾(2.1),煮沸10min,在约90℃保温10min(保持溶液体积约为20ml)。冷却,移入25ml比色管中,以高碘酸钾溶液(2.9)稀释至刻度,混匀。放置20min。

5.4.5 将部分溶液移入3cm比色皿中,以随同试样的空白为参比,于分光光度计波长520nm处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的锰量。

5.5 工作曲线的绘制

5.5.1 移取0.00、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00、6.00ml锰标准溶液(2.12),分别置于100ml烧杯中,加入5ml硫酸(2.3),蒸发至刚冒烟,取下冷却。以下按5.4.4款进行。

5.5.2 将部分溶液移入3cm比色皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长520nm处测其吸光度。以锰量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

按下式计算锰的百分含量:

$$\text{Mn}(\%) = \frac{m_1}{m_0} \times 10$$

式中: m_1 ——自工作曲线上查得的锰量,mg;

m_0 ——试样量,g。

分析结果表示到小数点后五位。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

锰含量	允许差
0.00005~0.00025	0.00001
0.00025~0.00050	0.00008

附加说明:

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由湖南水口山矿务局负责起草。

本标准由湖南水口山矿务局研究所起草。

本标准主要起草人宁鸿勋、刘彬彬、李玉元、肖雨溪。

自本标准实施之日起，原冶金工业部部标准YB 815—55《直接法氧化锌化学分析方法》作废。