

前 言

本标准对 GB/T 3286.7—1982《石灰石、白云石化学分析方法 高碘酸盐氧化光度法测定锰》进行修订。

本标准此次修订在“范围”中明确也适用于冶金石灰中氧化锰量的测定。分析方法中对试料分解冒烟程度、显色溶液加热方式等具体操作作了修改。“允许差”中增加了实验室内允许差。

GB/T 3286《石灰石、白云石化学分析方法》包括以下九个分标准：

GB/T 3286.1 氧化钙量和氧化镁量的测定；

GB/T 3286.2 二氧化硅量的测定；

GB/T 3286.3 氧化铝量的测定；

GB/T 3286.4 氧化铁量的测定；

GB/T 3286.5 氧化锰量的测定；

GB/T 3286.6 磷量的测定；

GB/T 3286.7 硫量的测定；

GB/T 3286.8 灼烧减量的测定；

GB/T 3286.9 二氧化碳量的测定。

本标准自实施之日起，代替 GB/T 3286.7—1982。

本标准由中华人民共和国原冶金工业部提出。

本标准由原冶金工业部信息标准研究院归口。

本标准由武汉钢铁(集团)公司负责起草。

本标准起草单位：武汉钢铁(集团)公司技术中心、上海第一钢铁(集团)有限公司。

本标准主要起草人：曹宏燕、洪志涌、刘继先、陈自斌。

本标准于 1982 年 7 月首次发布。

中华人民共和国国家标准

石灰石、白云石化学分析方法
氧化锰量的测定

GB/T 3286.5—1998

Methods for chemical analysis of
limestone and dolomite—

代替 GB/T 3286.7—1982

The determination of manganese oxide content

1 范围

本标准规定了用高碘酸盐氧化光度法测定氧化锰量。

本标准适用于石灰石、白云石中氧化锰量(以 MnO 量计)的测定,也适用于冶金石灰中氧化锰量的测定。测定范围:氧化锰量大于 0.005%。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 2007.2—1987 散装矿产品的取样、制样通则 手工制样方法

3 方法提要

试样经高温灼烧,用盐酸、高氯酸分解。于磷酸介质中,在加热条件下用高碘酸盐将二价锰氧化为高锰酸,于分光光度计波长 525 nm 处测量吸光度。

4 试剂

4.1 盐酸(1+1)。

4.2 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。

4.3 磷酸(1+1)。

4.4 高碘酸钠(钾)溶液(20 g/L):称取 10 g 高碘酸钠(钾)于烧杯中,加 300 mL 水,加 20 mL 硝酸(1+1),温热溶解,以水稀释至 500 mL。

4.5 亚硝酸钠溶液(10 g/L)。

4.6 不含还原性物质的水:每 1 000 mL 分析用水中加 5 mL 硝酸(1+1),5 mL 高碘酸钠(钾)溶液(4.4),加热煮沸数分钟,冷却备用。

4.7 氧化锰标准溶液

4.7.1 称取 0.774 5 g 金属锰(不低于 99.9%)于 250 mL 烧杯中,加 20 mL 硝酸(1+1),加热溶解,驱尽氮氧化物,冷却。溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1.00 mL 含 1.00 mg 氧化锰。

4.7.2 移取 50.00 mL 氧化锰标准溶液(4.7.1)于 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液

国家质量技术监督局 1998-12-07 批准

1999-07-01 实施

1.00 mL 含 100 μg 氧化锰。

注：金属锰应预先用硫酸(5+95)处理，溶解表面氧化物，以水洗净，再以无水乙醇或乙醚洗了3~4次，自然干燥后使用。

5 仪器

分析中，仅用通常的实验室仪器、设备。

6 制样

按 GB/T 2007.2 制备试样。

6.1 试样应加工至粒度小于 0.125 mm。

6.2 石灰石、白云石试样分析前在 105~110℃ 干燥 2 h，置于干燥器中冷却至室温。

6.3 冶金石灰试样的制备应迅速进行，制成后试样立即置于磨口瓶或塑料袋中密封，于干燥器中保存，分析前试样不进行干燥。

7 分析步骤

7.1 试料量

按表 1 称取试料，精确至 0.000 1 g。对冶金石灰试样，应快速称取试料。

表 1

含氧化锰量, %	试料量, g
≤ 0.10	1.00
$> 0.10 \sim 0.40$	0.25

7.2 空白试验

随同试料做空白试验。

7.3 试料分解和试液制备

7.3.1 将试料(7.1)置于光洁的瓷坩埚中，放入炉温低于 300℃ 的高温炉中，逐渐升温至 950~1 000℃，并保持 30 min。取出坩埚，冷却。将灼烧后的试料小心转移至 100 mL 烧杯中，用水湿润。

注：也可将测定灼烧减量后的灼烧残留物作为本方法测定的试料，将其小心转移至 100 mL 烧杯中，用水湿润。

7.3.2 加 15 mL 盐酸(4.1)，5 mL 高氯酸(4.2)，加热分解，加热蒸发至冒高氯酸白烟，继续蒸发至溶液体积约为 1~2 mL，冷却。

7.3.3 加 10 mL 水，加热溶解盐类。用中速滤纸过滤于 150 mL 锥形瓶中，用热水洗涤烧杯和滤纸各 4~5 次，控制溶液体积在 40~50 mL。

7.3.4 加 20 mL 磷酸(4.3)，10 mL 高碘酸钠(钾)溶液(4.4)，低温加热至沸，并在微沸状态下保持 3~4 min，冷却。将溶液移入 100 mL 容量瓶中，用不含还原性物质的水(4.6)稀释至刻度，混匀。

7.4 测定

将显色液倒入适当吸收皿中，于另一吸收皿中预置 1~2 滴亚硝酸钠溶液(4.5)，将剩余的显色液倒入，以此作为参比溶液，于分光光度计波长 530 nm 处测量显色溶液吸光度。将试料溶液的吸光度减去空白试验溶液的吸光度，在工作曲线上查得相应的氧化锰量。

7.5 工作曲线绘制

分取 0, 0.50, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00, 10.00 mL 氧化锰标准溶液(4.7.2)，分别置于数个 150 mL 锥形瓶中，加 2 mL 高氯酸(4.2)，用水稀释至 40~50 mL，以下按 7.3.4 操作。用试剂空白作参比，于分光光度计波长 525 nm 处测量吸光度。以氧化锰量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

8 分析结果的表述

按下式计算氧化锰的质量百分数：

$$\text{MnO}(\%) = \frac{m_1}{m} \times 100$$

式中： m_1 ——从工作曲线上查得的氧化锰量，g；

m ——试料量，g。

9 允许差

实验室内二个独立分析结果的差值和二个实验室分析结果的差值不应大于表 2 所列相应的允许差。对冶金石灰试样，不作实验室间允许差要求。

表 2

氧化锰量	实验室内允许差	实验室间允许差
0.005~0.010	0.002	0.003
>0.010~0.050	0.004	0.006
>0.050~0.100	0.010	0.015
>0.10~0.40	0.020	0.025