

中华人民共和国

国家标准

氧化锆中锰量的测定  
(高碘酸钾吸光光度法)

GB 2590.10—81

总则及一般规定按GB 1467—78执行。

1. 方法提要

试样以硫酸、硫酸铵溶解，用高碘酸钾将低价锰氧化成高锰酸，于波长530nm处，测其吸光度。

测定范围：0.003~0.03%。

2. 试剂

硫酸铵。

高碘酸钾。

硫酸（比重1.84）：优级纯。

硝酸（比重1.42）。

锰标准溶液：

（甲）称取1.0000克金属锰（99.9%以上；称量前用稀硫酸洗去表面氧化物，再用水洗去酸后烘干），加入20毫升硫酸（1+4），加热溶解，用水移入1000毫升容量瓶中，并稀释至刻度，摇匀。此溶液1毫升含1.00毫克锰。

（乙）移取25.00毫升溶液（甲），置于250毫升容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1毫升含100微克锰。

3. 分析步骤

称取1.0000克试样<sup>①</sup>（随同试样做试剂空白），置于150毫升干烧杯中，加入10毫升硫酸（比重1.84）和5克硫酸铵，盖上表皿，在电炉上加热至试样完全溶解。冷却，用水吹洗表皿及杯壁，加入1.5毫升硝酸（比重1.42），用水稀释至50毫升，混匀，加热至近沸，取下，加入0.3克高碘酸钾，加热煮沸12分钟。冷却，用水移入50毫升容量瓶中，并稀释至刻度，摇匀<sup>②</sup>。移入3厘米液槽中，以试剂空白作参比<sup>③</sup>，在分光光度计上，于波长530nm处，测其吸光度。从工作曲线上查出相应的锰量。

工作曲线的绘制：

移取0.00、0.10、0.30、0.50、0.70、1.00毫升锰标准溶液（乙），分别置于一组150毫升干烧杯中，加入10毫升硫酸（比重1.84）和5克硫酸铵，以下按分析步骤操作，以不加锰标准溶液的显色液作参比，测其吸光度，绘制工作曲线。

锰的百分含量按下式计算：

$$\text{Mn}(\%) = \frac{r \times 10^{-6}}{W} \times 100$$

式中：r——自工作曲线上查得的锰量（微克）；

W——称样量（克）。

4. 允许差

国家标准总局发布  
中华人民共和国冶金工业部 提出

1982年3月1日 实施  
冶金工业部有色金属研究总院 起草

锰含量 ( % )	允许差 ( % )
0.0030 ~ 0.0080	0.0008
>0.0080 ~ 0.0150	0.0015
>0.0150 ~ 0.0300	0.0030

注：① 若试样中含锰量高时，则可称0.5000克试样。

② 如有混浊，则取部分溶液进行离心分离。

③ 若试样中镍、铁等有色离子含量高时，可将试样溶液倒在二个液槽中，加入1~2滴10%亚硝酸钠溶液于其中一个液槽中，用塑料棒搅匀，使高锰酸褪色，以此为参比溶液。