



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 13748.4—2005

代替 GB/T 13748.2—1992

## 镁及镁合金化学分析方法 锰含量的测定 高碘酸盐分光光度法

Chemical analysis methods of magnesium and magnesium alloys

—Determination of manganese content

—Periodate spectrophotometric method

(NEQ ISO 2353:1972、ISO 809:1973、ISO 810:1973)

2005-07-26 发布

2006-01-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

## 前 言

本标准共分为 19 部分,包括 20 个元素的 25 项化学分析方法。

本标准是对 GB/T 13748.1~13748.10—1992 的修订,本次修订主要有如下变化:

- 根据新的国家标准 GB/T 3499—2003《原生镁锭》、GB/T 5153—2004《变形镁及镁合金牌号和化学成分》、GB/T 19078—2003《铸造镁合金锭》以及相关的国际标准和国外标准的规定,本次修订新增分析方法 12 项,其中增加了 10 个元素的分析方法,分别为:Sn(GB/T 13748.2)、Li(GB/T 13748.3)、Y(GB/T 13748.5)、Ag(GB/T 13748.6)、Pb(GB/T 13748.13)、Ca(GB/T 13748.16)、K 和 Na(GB/T 13748.17)、Cl(GB/T 13748.18)、Ti(GB/T 13748.19),以及锰含量的测定(GB/T 13748.4 的方法三)、高含量铜的测定(GB/T 13748.12 的方法二)、低含量锌的测定(GB/T 13748.15 的方法二)。
- 重新起草了铬天青 S-氯化十四烷基吡啶分光光度法测定铝含量(GB/T 13748.2 的方法二)、重量法测定稀土含量(GB/T 13748.8)。
- 对二甲苯酚橙分光光度法测定铬含量进行了修订并扩展了测定范围(GB/T 13748.7)。
- 扩展了锰(GB/T 13748.4 的方法一)、铁(GB/T 13748.9)、硅(GB/T 13748.10)、铍(GB/T 13748.11)、铜(GB/T 13748.12)、镍(GB/T 13748.14)等元素的测定范围。
- 《8-羟基喹啉分光光度法测定铝含量》(GB/T 13748.1 的方法一)、《8-羟基喹啉重量法测定铝含量》(GB/T 13748.1 方法三)、《高碘酸盐分光光度法测定锰含量方法二》(GB/T 13748.4 的方法二)、《火焰原子吸收光谱法测定锌含量》(GB/T 13748.15)为编辑性整理后予以确认的方法。

本标准修订后代替了 GB/T 4374—1984《镁粉和铝镁合金粉化学分析方法》中的相关部分,即 GB/T 13748.9、GB/T 13748.10、GB/T 13748.12、GB/T 13748.18 分别代替 GB/T 4374.2—1984、GB/T 4374.3—1984、GB/T 4374.1—1984、GB/T 4374.5—1984。

本标准共有 7 个部分的 9 项分析方法非等效采用国际标准,分别为:

- GB/T 13748.1;NEQ ISO 791;1973;
- GB/T 13748.4;NEQ ISO 2353;1972、ISO 809;1973、ISO 810;1973;
- GB/T 13748.8;NEQ ISO 2355;1972;
- GB/T 13748.9;NEQ ISO 792;1973;
- GB/T 13748.10;NEQ ISO 1975;1973;
- GB/T 13748.14;NEQ ISO 4058;1977;
- GB/T 13748.15;NEQ ISO 4194;1981。

本标准中采用国际标准的各部分,其标准名称和标准文本结构为了与系列标准协调一致,均与所采用的国际标准不完全相同。

本标准代替 GB/T 13748.1~13748.10—1992。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本标准由中国铝业股份有限公司郑州研究院、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本标准由中国铝业股份有限公司郑州研究院、北京有色金属研究总院、洛阳铜加工集团有限责任公司

**GB/T 13748. 4—2005**

司、抚顺铝厂、西南铝业(集团)有限责任公司、东北轻合金有限责任公司起草。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 13748. 1~13748. 10—1992、GB/T 4374. 1~4374. 3—1984、GB/T 4374. 5—1984。

## 前 言

GB/T 13748—2005 共分为 19 部分,本部分为第 4 部分。

本部分包括方法一、方法二和方法三。

本部分方法一非等效采用 ISO 2353:1972《镁及镁合金—含锆、稀土、钍、银的镁合金中锰含量的测定—高碘酸盐光度法》,是对 GB/T 13748.2—1992《镁及镁合金化学分析方法—高碘酸盐分光光度法测定锰量》第一篇的修订,测定范围由 0.1%~2.7%修订为 0.050%~2.70%,ISO 2353:1972 测定范围为 0.002%~0.2%。

本部分方法二非等效采用 ISO 809:1973《镁及镁合金—介于 0.01%~0.8% 锰含量的测定—高碘酸盐光度法》,是对 GB/T 13748.2—1992《镁及镁合金化学分析方法—高碘酸盐分光光度法测定锰量》第二篇的重新确认,经试验铜元素不干扰测定,并进行了编辑性整理。

GB/T 13748—1992 没有锰含量小于 0.01% 的测定方法。国际标准 ISO 810:1973 规定了锰含量小于 0.01% 的测定方法。根据我国原生镁锭的实际质量水平,制定了方法三。方法三非等效采用 ISO 810:1973《镁及镁合金—小于 0.01% 锰含量的测定—高碘酸盐光度法》,主要不同之处有:

- 将 ISO 810:1973 中加入 0.05 g 过硫酸铵和 0.05 g 高碘酸钾改为加入 5 mL 硝酸;
- 将 ISO 810:1973 中加入 0.5 g 高碘酸钾改为加入 10 mL 高碘酸钾溶液(50 g/L);
- 将 ISO 810:1973 中在锥形瓶中溶样、在砂浴上加热和保温改为在烧杯中溶样,在电炉上加热和保温。

本部分代替 GB/T 13748.2—1992。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分由中国铝业股份有限公司郑州研究院、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分方法一和方法二由洛阳铜加工集团有限责任公司起草。

本部分方法三由中国铝业股份有限公司郑州研究院起草。

本部分方法三由洛阳铜加工集团有限责任公司参加起草。

本部分方法一主要起草人:夏庆珠、王惠、刘爱菊。

本部分方法二主要起草人:夏庆珠、王惠。

本部分方法三主要起草人:郭永恒、刘战伟、赵春芳。

本部分方法三主要验证人:杨晓丽、姚巧萍、阎国庆。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 13748.2—1992。

# 镁及镁合金化学分析方法

## 锰含量的测定

### 高碘酸盐分光光度法

#### 方法一

#### 1 范围

本方法规定了镁合金(含 Zr、RE、Th 和 Ag)中锰含量的测定方法。

本方法适用于镁合金(含 Zr、RE、Th 和 Ag)中锰含量的测定。测定范围:0.050%~2.70%。

#### 2 方法提要

试样以硫酸溶解,在氟硼酸及硝酸存在下,用高碘酸钾将锰(II)氧化至锰(VII)。于分光光度计波长 545 nm 处测量其吸光度。

#### 3 试剂

3.1 高碘酸钾。

3.2 硝酸( $\rho$ 1.40 g/mL):煮沸 3 min~5 min 或通入二氧化碳气流以除去氮的氧化物。

3.3 硫酸(1+3)。

3.4 氟硼酸溶液(1+99):取 10 mL 氟硼酸(40%)用水稀释至 1 000 mL。

3.5 去还原剂的水:将分析用水加热煮沸,每升用 10 mL 硫酸(3.3)酸化,加少许高碘酸钾(3.1),继续煮沸约 10 min,冷却。

3.6 亚硝酸钠溶液(20 g/L):用时现配。

3.7 锰标准贮存溶液:按 3.7.1 或 3.7.2 制备。

3.7.1 取适量电解锰[ $w(\text{Mn}) \geq 99.9\%$ ]置于盛有 60 mL~80 mL 硫酸(3.3)和约 100 mL 水的烧杯中,摇动数分钟,弃去酸溶液,以水洗涤数次,再用丙酮清洗 1~2 次。在 100℃ 恒温箱中烘干约 2 min,置于干燥器中冷却。然后称取 1.000 0 g 电解锰于 400 mL 高形烧杯中,加 40 mL 硫酸(3.3)溶解。加约 80 mL 水煮沸数分钟,冷却。移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锰。

3.7.2 称取 2.877 g 高锰酸钾置于 400 mL 高形烧杯中,用约 200 mL 水溶解,加入 40 mL 硫酸(3.3)、适量亚硫酸钠或过氧化氢( $\rho$ 1.10 g/mL)还原高锰酸,煮沸除去过量的二氧化硫或过氧化氢,冷却。移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锰。

3.8 锰标准溶液:移取 10.00 mL 锰标准贮存溶液(3.7)于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100  $\mu$ g 锰。

#### 4 仪器

分光光度计。

#### 5 试样

厚度不大于 1 mm 的碎屑。

GB/T 13748.4—2005

## 6 分析步骤

### 6.1 试料

按表 1 称取试样(5),精确至 0.000 1 g。

### 6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

表 1

锰的质量分数/%	试料质量/g	硫酸(3.3)体积/mL
0.050~0.50	0.2	15
>0.50~2.70	0.5	10

### 6.3 空白试验

于铂皿中加入 20 mL 硝酸(3.2),蒸发至干,以少量温水溶解残渣,移入 250 mL 高形烧杯中,用水稀释至约 40 mL,加入 15 mL 硫酸(3.3)、5 mL 氟硼酸(3.4),以水稀释至约 60 mL,以下随同试料(6.1)按 6.4.2 及 6.4.3 进行。

### 6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 250 mL 高形烧杯中,盖上表皿。按表 1 慢慢加入硫酸(3.3),待试料溶解完全后,加入 20 mL 硝酸(3.2)、5 mL 氟硼酸(3.4),以水稀释至 60 mL。

当锰的质量分数大于 0.50%时,将溶解完全后的试液移入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。分取 10.00 mL 试液于原烧杯中,加入 15 mL 硫酸(3.3)、20 mL 硝酸(3.2)、5 mL 氟硼酸(3.4),以水稀释至约 60 mL。

6.4.2 将试液(6.4.1)煮沸 1 min~2 min,稍冷,加入 0.5 g 高碘酸钾(3.1),继续煮沸 3 min,在近沸下保温 10 min,冷却。移入 100 mL 容量瓶中,用去还原剂的水(3.5)稀释至刻度,混匀。

6.4.3 移取部分显色溶液(6.4.2)于 1 cm 吸收池中,向剩余的显色液中边摇边滴加亚硝酸钠溶液(3.6)至紫色刚好褪去,移取其溶液于另一吸收池中为参比,于分光光度计波长 545 nm 处测量其吸光度。减去随同试料的空白试验(6.3)溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的锰量。

### 6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取 0.1.00,3.00,6.00,9.00,12.00,15.00 mL 锰标准溶液(3.8)置于一组 250 mL 高形烧杯中,加入 15 mL 硫酸(3.3)、20 mL 硝酸(3.2)、5 mL 氟硼酸(3.4),以下按 6.4.2 及 6.4.3 进行。

6.5.2 减去试剂空白溶液的吸光度,以锰量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

## 7 分析结果的计算

按公式(1)计算锰的质量分数(%):

$$\omega(\text{Mn}) = \frac{m_1 V_0 \times 10^{-6}}{m_0 V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$m_1$ ——自工作曲线上查得的锰量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$V_0$ ——试液总体积,单位为毫升(mL);

$m_0$ ——试料的质量,单位为克(g);

$V_1$ ——分取试液体积,单位为毫升(mL)。

## 8 精密度

### 8.1 重复性

在重复性条件下获得的两个独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果

的绝对差值不超过重复性限( $r$ ),超过重复性限( $r$ )情况不超过5%。重复性限( $r$ )按以下数据采用线性内插法求得:

锰的质量分数/%:	0.100	1.00	2.60
重复性限 $r$ /%:	0.006	0.04	0.06

## 8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表2所列允许差。

表 2

锰的质量分数/%	允许差/%
0.050~0.150	0.010
>0.150~0.300	0.020
>0.300~0.800	0.040
>0.800~1.50	0.05
>1.50~2.70	0.08

## 9 质量保证与控制

分析时,用标准样品或控制样品进行校核,或每年至少用标准样品或控制样品对分析方法校核一次。当过程失控时应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。

## 方法二

### 10 范围

本方法规定了镁及镁合金(不含 Zr、RE、Th、Ag)中锰含量的测定方法。

本方法适用于镁及镁合金(不含 Zr、RE、Th、Ag)中锰含量的测定。测定范围:0.010%~0.800%。

### 11 方法提要

试料以硫酸溶解,硝酸氧化,在磷酸存在下,用高碘酸钾将锰(II)氧化至锰(VII)。于分光光度计波长 525 nm 处测量其吸光度。

### 12 试剂

12.1 高碘酸钾。

12.2 硝酸( $\rho$ 1.40 g/mL):将硝酸煮沸 3 min~5 min 或通二氧化碳气流以除去氮的氧化物。

12.3 磷酸( $\rho$ 1.71 g/mL)。

12.4 氢氟酸( $\rho$ 1.14 g/mL)。

12.5 硫酸(1+3)。

12.6 亚硝酸钠溶液(20 g/L),用时现配。

12.7 去还原剂的水:将分析用水加热煮沸,每升用 10 mL 硫酸(12.5)酸化,加少许高碘酸钾(12.1),继续煮沸约 10 min,冷却。

12.8 锰标准贮存溶液:按 12.8.1 或 12.8.2 制备。

12.8.1 取适量电解锰[ $w(\text{Mn})\geq 99.9\%$ ]置于盛有 60 mL~80 mL 硫酸(12.5)和约 100 mL 水的烧杯中,摇动数分钟,弃去酸溶液,以水洗涤数次,再用丙酮倾洗 1~2 次。在 100℃ 恒温箱中烘干约 2 min,置于干燥器中冷却。然后称取 1.000 0 g 电解锰于 400 mL 高形烧杯中,加入 40 mL 硫酸(12.5)溶解,加入约 80 mL 水煮沸数分钟,冷却。移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含

## GB/T 13748.4—2005

1 mg 锰。

12.8.2 称取 2.877 g 高锰酸钾置于 400 mL 高形烧杯中,用约 200 mL 水溶解。加入 40 mL 硫酸(12.5),加入适量亚硫酸钠或过氧化氢( $\rho$ : 10 g/mL)还原高锰酸。煮沸除去过量的二氧化硫或过氧化氢,冷却。移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锰。

12.9 锰标准溶液:移取 100.00 mL 锰标准储存溶液(12.8)于 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100  $\mu$ g 锰。

## 13 仪器

分光光度计。

## 14 试样

厚度不大于 1 mm 的碎屑。

## 15 分析步骤

## 15.1 试料

按表 3 称取试样(14),精确至 0.000 1 g。

表 3

锰的质量分数/%	试料质量/%	硫酸(12.5)体积/mL	硝酸(12.2)体积/mL
0.010~0.050	1	25	25
0.050~0.400	0.5	20	25
0.400~0.800	0.5	10	5

## 15.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

## 15.3 空白试验

15.3.1 锰的质量分数为 0.010%~0.050%时,与铂皿中加入 25 mL 硝酸(12.2)和 5 mL 硫酸(12.5),蒸发至干,以少量温水溶解残渣。移入 250 mL 高形烧杯中,用水稀释至约 40 mL,加入 20 mL 硫酸(12.5)、5 mL 磷酸(12.3)和 2~3 滴氢氟酸(12.4),以下随同试料(12.1)按 12.4.3 及 12.4.4 进行。

15.3.2 锰的质量分数大于 0.050%~0.400%时,于铂皿中加入 25 mL 硝酸(12.2),蒸发至干,用少量温水溶解残渣。移入 250 mL 高形烧杯中,用水稀释体积约为 40 mL,加入 20 mL 硫酸(12.5)、5 mL 磷酸(12.3)和 2~3 滴氢氟酸(12.4),以下随同试料(12.1)按 12.4.3 及 12.4.4 进行。

15.3.3 锰的质量分数大于 0.400%~0.800%时,于铂皿中加入 25 mL 硝酸(12.2),蒸发至干,用少量温水溶解残渣,加入 5 mL 硫酸(12.5),移入 100 mL 容量瓶中,冷却。以水稀释至刻度,混匀。移取 20.00 mL 试液于 250 mL 高形烧杯中,用水稀释体积约为 40 mL,加入 15 mL 硫酸(12.5)、3 mL 硝酸(12.2)、5 mL 磷酸(12.3)和 2~3 滴氢氟酸(12.4)以下随同试料(15.1)按 15.4.3 及 15.4.4 进行。

## 15.4 测定

15.4.1 将试料(15.1)置于 250 mL 高形烧杯中,盖上表皿。加入 10 mL 水,然后按表 3 慢慢加入硫酸(15.5),待反应完全后,按表 1 加入硝酸(15.2)和 2~3 滴氢氟酸(15.4),煮沸数分钟,取下,冷却。

锰的质量分数大于 0.400%~0.800%时,将上述试液移入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。移取 20.00 mL 试液于 250 mL 高形烧杯中,加入 15 mL 硫酸(15.5)、25 mL 硝酸(15.2)。

15.4.2 将试液(15.4.1)用水稀释至约 60 mL,加入 5 mL 磷酸(12.3)。

15.4.3 煮沸溶液,加入 0.5 g 高碘酸钾(15.1),煮沸 3 min,在近沸下保温 15 min,冷却。移入 100 mL



容量瓶中,用去还原剂的水(15.7)稀释至刻度,混匀。

15.4.4 移取部分显色溶液(15.4.3)于1 cm~3 cm 吸收池中,向剩余的显色液中边摇动边滴加亚硝酸钠溶液(15.6)至紫色刚好褪去,移取其溶液于另一吸收池中为参比,于分光光度计波长 525 nm 处测量其吸光度。

15.4.5 减去随同试料的空白试验溶液(15.3)的吸光度,从工作曲线上查出相应的锰量。

15.5 工作曲线的绘制

15.5.1 移取 0, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00 mL 锰标准溶液(12.9)和 0, 1.00, 2.00, 5.00, 10.00, 15.00, 20.00 mL 锰标准溶液(12.9),分别置于两组 250 mL 高形烧杯中,用水稀释至约 20 mL,加入 15 mL 硫酸(12.5)、25 mL 硝酸(12.2)、5 mL 磷酸(12.3),以下按 15.4.3 及 15.4.4 进行。

15.5.2 减去试剂空白溶液的吸光度,以锰量为横坐标,吸光度为纵坐标,分别绘制锰的质量分数为 0.010%~0.050%和>0.050%~0.800%的两条工作曲线。

16 分析结果的计算

按公式(2)计算锰的质量分数(%):

$$w(\text{Mn}) = \frac{m_1 V_0 \times 10^{-6}}{m_0 V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$m_1$ ——自工作曲线上查得的锰量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$V_0$ ——试液总体积,单位为毫升(mL);

$m_0$ ——试料的质量,单位为克(g);

$V_1$ ——分取试液体积,单位为毫升(mL)。

17 精密度

17.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限( $r$ ),超过重复性限( $r$ )情况不超过 5%。重复性限( $r$ )按以下数据采用线性内插法求得。

锰的质量分数/%:	0.010	0.10	0.70
重复性限 $r$ /%:	0.001	0.01	0.02

17.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 4 所列允许差。

表 4

锰的质量分数/%	允许差/%
0.010~0.030	0.003
>0.030~0.100	0.008
>0.100~0.300	0.020
>0.300~0.800	0.040

18 质量保证与控制

分析时,用标准样品或控制样品进行校核,或每年至少用标准样品或控制样品对分析方法校核一次。当过程失控时应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。

## 方法三

## 19 范围

本方法规定了原生镁锭中锰含量的测定方法。

本方法适用于原生镁锭中锰含量的测定。测定范围:0.000 5%~0.010 0%。

## 20 方法提要

试料以硫酸溶解,硝酸氧化,在磷酸存在下,用高碘酸钾将锰(Ⅱ)氧化至锰(Ⅶ)。于分光光度计波长 525 nm 处,测量其吸光度。

## 21 试剂

21.1 硝酸( $\rho$ 1.40 g/L)。

21.2 磷酸( $\rho$ 1.71 g/L)。

21.3 硫酸(1+3)。

21.4 高碘酸钾溶液(50 g/L):称取 25.0 g 高碘酸钾于 500 mL 烧杯中,加入 400 mL 水,加热溶解后,加入 100 mL 硝酸(21.1)。

21.5 亚硝酸钠溶液(5 g/L):用时现配。

21.6 去还原剂的水:将分析用水加热煮沸,每升用 10 mL 硫酸(21.3)酸化,加少许高碘酸钾,继续煮沸 10 min,冷却。

21.7 锰标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属锰【预先将适量金属锰[ $w(\text{Mn})\geq 99.9\%$ ]置于盛有 60 mL~80 mL 硫酸(21.3)和 100 mL 水的烧杯中,摇动数分钟,弃去酸液,以水洗涤数次,再用丙酮洗 1~2 次,于烘箱中在 100℃烘 2 h,置于干燥器中冷却。】于 400 mL 烧杯中,加入 40 mL 硫酸(21.3)溶解,加入 80 mL 水煮沸数分钟,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锰。

21.8 锰标准溶液:移取 10.00 mL 锰标准贮存溶液(21.7)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 20  $\mu\text{g}$  锰。

## 22 仪器

分光光度计。

## 23 试样

厚度不大于 1 mm 的碎屑。

## 24 分析步骤

## 24.1 试料

称取 2 g 试样(23),精确至 0.000 1 g。

## 24.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

## 24.3 空白试验

随同试料(24.1)做空白试验。

## 24.4 测定

24.4.1 将试料置于 250 mL 烧杯中,加入 30 mL 硫酸(21.3),待试料溶解完全后,以少量的水洗杯壁,加入 5 mL 硝酸(21.1),1 mL 磷酸(21.2),混匀,加水使体积约 50 mL。

24.4.2 将试液(24.4.1)置于电炉上加热至沸,取下加入 10 mL 高碘酸钾溶液(21.4),继续加热至沸,待溶液显紫红色后低温沸 20 min【其间不断吹入去还原剂的水(21.6),使体积保持一致并小于 50 mL】,在电炉上保温 10 min,取下冷却,移入 50 mL 容量瓶中,用去还原剂的水(21.6)稀释至刻度,混匀。

24.4.3 移取部分显色液(24.4.2)于 5 cm 吸收池中,向剩余的显色液中边摇边滴加亚硝酸钠溶液(21.5)使紫色刚好褪去,取其溶液于另一个吸收池中为参比,于分光光度计波长 525 nm 处测量其吸光度。

24.4.4 将所测得试液的吸光度,减去试剂空白试验(24.3)溶液的吸光度后,从工作曲线上查得相应的锰量。

24.5 工作曲线的绘制

24.5.1 移取 0, 1.00, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00, 10.00 mL 锰标准溶液(21.8)于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 硫酸(21.3),加入 5 mL 硝酸(21.1),加入 1 mL 磷酸(21.2),混匀,加水使体积约 50 mL。以下按 24.4.2~24.4.3 进行。

24.5.2 将测得系列标准溶液的吸光度,减去试剂空白溶液的吸光度后,以锰量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

25 分析结果的计算

按公式(3)计算锰的质量分数(%):

$$w(\text{Mn}) = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$m_1$ ——自工作曲线上查得的锰量,单位为毫克(mg);

$m_0$ ——试料的质量,单位为克(g)。

26 精密度

26.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限( $r$ ),超过重复性限( $r$ )的情况不超过 5%。重复性限( $r$ )按以下数据采用线性内插法求得:

锰的质量分数/%:	0.002 5	0.005 0	0.007 5
重复性限 $r$ /%:	0.000 3	0.000 6	0.001 0

26.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 5 所列允许差。

表 5

锰的质量分数/%	允许差/%
0.000 5~0.002 0	0.000 3
>0.002 0~0.005 0	0.000 8
>0.005 0~0.010 0	0.001 5

27 质量保证与控制

分析时,用标准样品或控制样品进行校核,或每年至少用标准样品或控制样品对分析方法校核一次。当过程失控时,应找出原因。纠正错误后,重新进行校核。