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520nm处测量其吸光度。

显色溶液中存在100μg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 氨氧化铵（比重0.90）。

2.6 氨氧化铵（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：100ml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7.2g硫酸铁，加入10ml硫酸（比重1.84）、300ml水，加热溶解，冷却，用水稀释至1000ml，混匀。

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

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

3 仪器

分光光度计。

国家标准局1984-04-30发布　　1985-04-01实施

4 试样

试样预先在105～110℃烘2 h，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2 min。

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1 g过硫酸铵（2.2）继续煮沸2 min，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1～2 ml〔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3 cm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5 ml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3 cm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：

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

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。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

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科研所起草。

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。