

GB/T 4372.5—2001

前 言

本标准是对 GB/T 4372.4—1984《氧化锌(直接法)化学分析方法 高碘酸钾光度法测定锰量》的修订。修订主要内容是采用原子吸收光谱法测定锰量。

本标准遵守：

GB/T 1467—1978 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB/T 7728—1987 冶金产品化学分析 火焰原子吸收光谱法通则

GB/T 17433—1998 冶金产品化学分析基础术语

本标准从实施之日起,同时代替 GB/T 4372.4—1984。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所归口。

本标准由水口山矿务局负责起草。

本标准主要起草人:张江峰、曾光明。

本标准委托全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

中华人民共和国国家标准

直接法氧化锌化学分析方法
原子吸收光谱法测定锰量

GB/T 4372.5—2001

Methods for chemical analysis of zinc
oxide produced by direct process
—Determination of zinc oxide manganese content
—Atomic absorption spectrometry method

代替 GB/T 4372.4—1984

1 范围

本标准规定了直接法氧化锌中锰含量的测定方法。

本标准适用于直接法氧化锌中锰含量的测定。测定范围：0.000 05%~0.001 0%。

2 方法提要

试料用硝酸溶解，以氢氧化铁作载体共沉淀分离锌并富集微量锰（锰的质量分数大于 0.000 3% 的试样可直接测定）。在稀硝酸介质中，于原子吸收光谱仪波长 279.5 nm 处测量锰的吸光度。

3 试剂

3.1 过硫酸铵。

3.2 硝酸(1+1)。

3.3 硝酸(1+9)。

3.4 过氧化氢-硝酸混合液：100 mL 硝酸(3.3)中加入 5 mL 过氧化氢。

3.5 氯化铁溶液：称取 1.43 g 三氧化二铁(高纯)于 300 mL 烧杯中，以水润湿，加入 30 mL 盐酸，溶解完全后移入 500 mL 的容量瓶中，以水洗烧杯数次，并入容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含铁 2.0 mg。

3.6 锰标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 高纯金属锰于 300 mL 的烧杯中，以水润湿，加入 20 mL 硝酸(3.2)，加热溶解，冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含锰 100 μg。

3.7 锰标准溶液：移取 2.50 mL 锰标准贮存溶液(3.6)于 100 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含锰 2.5 μg。

4 仪器

原子吸收光谱仪，附锰空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用。

灵敏度：在与测量样品溶液基体相一致的溶液中，锰的特征浓度应不大于 0.3 μg/mL。

精密性：用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度，其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%；用最低浓度的标准溶液(不是零标准溶液)测量 10 次吸光度，其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%。

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 2001-07-10 批准

2001-12-01 实施

GB/T 4372.5—2001

工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成五段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比,应不小于 0.85。

仪器工作条件见附录 A(提示的附录)。

5 分析步骤

5.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1

锰的质量分数, %	试料量, g
0.000 05~0.000 3	5.000 0
>0.000 3~0.001 0	1.000 0

5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于 300 mL 烧杯中,加水润湿,加 5 mL 氯化铁溶液(3.5),徐徐加入 20 mL 硝酸(3.2),摇匀后在电炉上加热溶解,煮沸 1 min,冷却。

5.3.2 小心用氨水中和至生成的氢氧化锌沉淀全部溶解,并有棕褐色氢氧化铁沉淀生成。煮沸后加 0.2 g 左右的过硫酸铵(3.1),再煮沸 5 min~10 min,移下补加 1 mL~2 mL 氨水,趁热用快速滤纸过滤,并用 2% 的热氨水洗液洗烧杯及沉淀各 4 次。

5.3.3 用热的过氧化氢-硝酸混合液(3.4)溶解沉淀于 25 mL 的容量瓶中,冷却,用水稀释至刻度,混匀。

5.3.4 将试液于原子吸收光谱仪波长 279.5 nm 处,与系列标准溶液同时,以水调零,测量其吸光度,减去空白试验溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的锰浓度。

注:对于锰的质量分数大于 0.000 3% 的试料,将试料置于 100 mL 的烧杯中,加水润湿,加 5 mL 硝酸(3.2)加热溶解,冷却后移入 25 mL 的容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。以下按步骤 5.3.4 进行。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 移取 0, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00 mL 锰标准溶液(3.7)于 25 mL 的容量瓶中,加入 12.5 mL 硝酸溶液(3.3),用水稀释至刻度,混匀。

5.4.2 在与试料溶液测定相同条件下,测量系列标准溶液的吸光度,减去系列标准溶液中零浓度溶液的吸光度,以锰浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

6 分析结果的表述

按式(1)计算锰的质量分数:

$$w(\text{Mn}) = \frac{c \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中: $w(\text{Mn})$ ——锰的质量分数, %;

c ——自工作曲线上查得的锰浓度, $\mu\text{g/mL}$;

V ——测定溶液的体积, mL;

m ——试料的质量, g。

7 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。

GB/T 4372.5—2001

表 2

%

锰的质量分数	允许差
0.000 05~0.000 30	0.000 03
>0.000 30~0.001 00	0.000 06

GB/T 4372.5—2001

附录 A
(提示的附录)
仪器工作条件

使用 GGX-5 型原子吸收分光光度计测量锰的工作条件如表 A1。

表 A1

波长, nm	灯电流, mA	单色器通带, nm	空气流量, L/min	乙炔流量, L/min
324.8	2	0.2	5.0	1.3