



中华人民共和国国家标准

GB/T 8704.9—94

钒铁化学分析方法 高碘酸钾光度法和火焰原子吸收 光谱法测定锰量

Methods for chemical analysis of ferrovanadium
The potassium periodate oxidation photometric
method and flame atomic absorption spectrometric
method for determination of manganese content

1994-09-26 发布

1995-06-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

钒铁化学分析方法 高碘酸钾光度法和火焰原子吸收 光谱法测定锰量

GB/T 8704.9—94

Methods for chemical analysis of ferrovanadium
The potassium periodate oxidation photometric
method and flame atomic absorption spectrometric
method for determination of manganese content

1 主题内容与适用范围

本标准规定了以下两个方法测定钒铁中锰量。方法Ⅰ：高碘酸钾光度法，测定范围：0.05%~0.60%；方法Ⅱ：火焰原子吸收光谱法，测定范围：0.01%~1.00%。

2 方法Ⅰ 高碘酸钾光度法

2.1 方法提要

试样用硫酸、磷酸溶解，用高碘酸钾氧化锰为紫红色高锰酸，于分光光度计，波长 525 nm 处测量其吸光度。

2.2 试剂

2.2.1 高碘酸钾。

2.2.2 磷酸(ρ 1.70 g/mL)。

2.2.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

2.2.4 氢氟酸(ρ 1.15 g/mL)。

2.2.5 硫酸(1+4)。

2.2.6 EDTA(二水合乙二胺四乙酸二钠)溶液(100 g/L)。

2.2.7 不含有机物的水：用硫酸(2.2.5)调节交换水或蒸馏水至约 pH3，加入适量高碘酸钾(2.2.1)煮沸 10 min，取下，冷却至室温，贮于玻璃瓶中。

2.2.8 锰标准溶液：称取 0.158 3 g 光谱纯二氧化锰，置于 250 mL 烧杯中，加入 10 mL 硫酸(ρ 1.84 g/mL)，滴加适量的过氧化氢(ρ 1.10 g/mL)，盖上表面皿，低温加热至溶解完全，煮至硫酸冒烟，取下，冷却至室温，移入 1 000 mL 容量瓶中，从水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.10 mg 锰。

2.3 试样

试样应通过 0.177 mm 筛孔。

2.4 分析步骤

2.4.1 试料量

按表 1 称取试样。

国家技术监督局 1994-09-26 批准

1995-06-01 实施

表 1

锰量, %	称样量, g
0.05~0.30	0.200 0
0.30~0.60	0.100 0

2.4.2 空白试验

随同试样做空白试验。

2.4.3 测定

2.4.3.1 将试样(2.4.1)置于 250 mL 锥形瓶中,加入 250 mL 硫酸(2.2.5)、5 mL 磷酸(2.2.2),低温加热溶解至近完全时,加入 3 mL 硝酸(2.2.3)、5~7 滴氢氟酸(2.2.4),继续加热至冒硫酸烟 2~3 min。取下,冷却,加入 50 mL 水,加热溶解盐类至溶液清澈,取下。

2.4.3.2 加入 0.5 g 高碘酸钾(2.2.1)于溶液(2.4.3.1)中,低温加热煮沸至有高锰酸的紫红色出现并继续 3 min,取下,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用不含有机的水(2.2.7)稀释至刻度,混匀。

2.4.3.3 将部份溶液(2.4.3.2)移入适当吸收皿中,在剩余溶液中滴入 5~8 滴 EDTA 溶液(2.2.6),摇动使其紫红色褪去后作为参比溶液。于分光光度计,波长 525 nm 处,测量其吸光度,减去随同试样所做空白的吸光度,从工作曲线上查出相应的锰量。

2.4.4 工作曲线的绘制

移取 0、0.50、1.00、2.00、4.00、5.00、6.00 mL 锰标准溶液(2.2.8)分别置于一组 250 mL 锥形瓶中,以下按分析步骤 2.4.3.1~2.4.3.3 进行。测量其吸光度后,减去不加锰标准溶液所得空白溶液的吸光度,以锰量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

2.5 分析结果的计算

按公式(1)计算锰的百分含量:

$$\text{Mn}(\%) = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得的锰量, g

m ——试料的质量, g。

2.6 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 量	允许差
0.05~0.30	0.02
>0.30~0.60	0.03

3 方法Ⅱ 火焰原子吸收光谱法

3.1 方法提要

试样以硝酸、氢氟酸分解后,在盐酸介质中,采用空气-乙炔火焰,用锰空心阴极灯作光源,于原子吸收光谱仪,波长 279.5 nm 处,测量其吸光度。

为消除基体影响,绘制校准曲线时,应加入与试样溶液相近的钒量和铁量。

3.2 试剂

3.2.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2.2 盐酸(1+1)。

3.2.3 硝酸(1+1)。

3.2.4 氢氟酸(ρ 1.16 g/mL)。

3.2.5 高氯酸(ρ 1.68 g/mL)。

3.2.6 锰标准溶液

称取 0.100 0 g 高纯金属锰,置于 250 mL 烧杯中,加入 20 mL 盐酸(3.2.2),加热分解,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。移取 10.00 mL 溶液于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μ g 锰。

3.2.7 钒溶液

称取 3.570 4 g 烘干后的高纯五氧化二钒,置于 400 mL 烧杯中,用少许水湿润后,加入 50 mL 盐酸(3.2.1)盖上表皿,加热溶解完全后,冷却至室温,移入 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 mg 钒。

3.2.8 铁溶液

称取 2 g 高纯铁于 200 mL 烧杯中,加入 25 mL 盐酸(3.2.2)于电热板上缓慢加热至溶解完全,取下,冷却至室温,移入 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 mg 铁。

3.2.9 氯化镉溶液

称取 4 g 氯化镉于 200 mL 烧杯中,加入 30 mL 水,溶解完全后,移入 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.3 仪器

3.3.1 原子吸收光谱仪:带有空气-乙炔燃烧器。

3.3.2 附有锰空心阴极灯。

3.3.3 空气-乙炔气体(不含油、水及锰)以提供稳定的清澈的贫燃性火焰。

3.3.4 所用原子吸收光谱仪应达到下列指标

3.3.4.1 精密度的最低要求

用最高浓度校准溶液,测量 10 次吸光度,并计算其吸光度平均值和标准偏差,该标准偏差不得超过该吸光度平均值的 1.0%。

用最低浓度的校准溶液(不是零校准溶液),测量 10 次吸光度,并计算其标准偏差,该标准偏差不应超过最高校准溶液平均吸光度的 0.5%。

3.3.4.2 特征浓度

本标准锰的特征浓度应小于 0.1 μ g/mL。

3.3.4.3 检出限

本标准锰的检出限应小于 0.05 μ g/mL。

3.3.4.4 校准曲线的线性

校准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不应小于 0.7。

3.3.5 仪器最佳工作条件参数见附录 A(参考件)。

3.4 试样

试样应通过 0.177 mm 筛孔。

3.5 分析步骤

3.5.1 安全措施

冒高氯酸烟时附近不能有氨及有机物存在,以防止爆炸。

3.5.2 试料量

称取 0.100 0 g 试样。

3.5.3 空白试验

随同试样做空白试验。

3.5.4 测定

3.5.4.1 试样处理

将试样(3.5.2)置于 300 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 10 mL 硝酸(3.2.3)、2 mL 氢氟酸(3.2.4)和 2 mL 高氯酸(3.2.5)于电热板上缓慢加热,温度不得超过 350℃,冒烟至近干,取下加入 10 mL 盐酸(3.2.2)继续加热至盐类溶解完全,取下,冷却,移入 100 mL 容量瓶中,加入 6 mL 氯化锶溶液(3.2.9),用水稀释至刻度,混匀,待测。

3.5.4.2 吸光度的测定

将仪器调到最佳状态并满足性能要求后,将试样溶液(3.5.4.1)在原子吸收光谱仪上,于波长 279.5 nm 处,以空气-乙炔火焰,用水调零,测量其吸光度。

注:试样含锰量大于 0.20%时,分取 20 mL 试样溶液于 100 mL 容量瓶中,加入 6 mL 氯化锶溶液(3.2.9)、8 mL 盐酸(3.2.2),用水稀释至刻度,混匀。

3.5.5 校准曲线的绘制

3.5.5.1 于七个 300 mL 聚四氟乙烯烧杯中,分别加入 0、1.0、2.0、5.0、10.0、15.0、20.0 mL 锰标准溶液(3.2.6),按表 3 分别加入与测量的试样溶液基体组成相近的钒溶液(3.2.7)和铁溶液(3.2.8)。

表 3

钒量, %	校准曲线的基体溶液加入量, mg	
	钒加入量	铁加入量
≥40~50	45	55
>50~75	60	40
>75	80	20

以下按 3.5.4.1 加入 10 mL 硝酸(3.2.3)以后操作步骤进行。

3.5.5.2 在原子吸收光谱仪上,于波长 279.5 nm 处,以空气-乙炔火焰,用水调零,测量其吸光度。

3.5.5.3 校准曲线系列每一溶液的吸光度减去零浓度的吸光度,为锰校准曲线系列的净吸光度,以锰浓度为横坐标,净吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

3.6 分析结果的计算

按公式(2)计算锰的百分含量:

$$\text{Mn}(\%) = \frac{(c_2 - c_1)r \times V}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: c_1 ——校准曲线上查得的随同试样空白溶液中锰的浓度, g/mL;

c_2 ——校准曲线上查得的试样溶液中锰的浓度, g/mL;

r ——试样溶液稀释倍数;

V ——最终测量试样溶液的体积, mL;

m ——试料的质量, g。

3.7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 4 所列的允许差。

表 4

锰 量	允 许 差
0.01~0.30	0.02
>0.30~0.60	0.03
>0.60~1.00	0.04

%

附 录 A

WFX-IE 原子吸收光谱仪工作条件参数

(参考件)

WFX-IE 原子吸收光谱仪工作条件参数见表 A1。

表 A1

波长 nm	狭缝 mm	灯电流 mA	燃烧高度 mm	乙炔流量 L/min	空气流量 L/min
279.5	0.1	6	10	1	6

附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由峨嵋铁合金(集团)股份有限公司起草。

本标准主要起草人唐华应、雷永清、侯文质、王学礼。

本标准水平等级标记 GB/T 8704.9—94 I

(京)新登字 023 号

GB/T 8704.9—94

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
钒铁化学分析方法
高碘酸钾光度法和火焰原子吸收
光谱法测定锰量
GB/T 8704.9—94

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码: 100045
电 话: 8522112
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

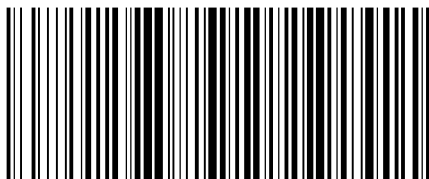
开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 9 千字
1995 年 5 月第一版 1995 年 5 月第一次印刷
印数 1—2 000

*

书号: 155066·1-11438 定价 8.00 元

*

标 目 262—19



GB/T 8704.9—1994