



中华人民共和国国家标准

GB/T 4372.5—2014
代替 GB/T 4372.5—2001

直接法氧化锌化学分析方法 第 5 部分：锰量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of zinc oxide produced by direct process—
Part 5: Determination of manganese content—
Flame atomic absorption spectrometry method

2014-12-05 发布

2015-08-01 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

GB/T 4372《直接法氧化锌化学分析方法》分为 7 个部分：

- 第 1 部分：氧化锌量的测定 Na₂EDTA 滴定法；
- 第 2 部分：氧化铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 3 部分：氧化铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 4 部分：氧化镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 5 部分：锰量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 6 部分：金属锌的检验；
- 第 7 部分：三氧化二铁量的测定 火焰原子吸收光谱法。

本部分为第 5 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 4372.5—2001《直接法氧化锌化学分析方法火焰原子吸收光谱法测定锰量》，与 GB/T 4372.5—2001 相比，主要有如下变动：

- 将检测的下限由 0.000 05% 调整为 0.000 1%；
- 对文本格式进行了修改；
- 补充了精密度和试验报告。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位：湖南水口山有色金属集团有限公司、湖南有色金属研究院。

本部分起草单位：北京有色金属研究总院、湖南水口山有色金属集团有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、株洲冶炼集团股份有限公司、防城港出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：李艳芬、刘英、臧慕文、谭谦、揭辉、王蒋亮、古行乾、谢喜清、姜晴、韦新红、何龙凉。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 4372.5—1984；GB/T 4372.5—2001。

直接法氧化锌化学分析方法

第5部分:锰量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

GB/T 4372 的本部分规定了直接法氧化锌中锰含量的测定方法。

本部分适用于直接法氧化锌中锰含量的测定。测定范围为 0.000 1%~0.001 0%。

2 方法提要

试料用硝酸溶解,用氢氧化铁作共沉淀剂,将微量锰与大量锌基体分离并得到富集,将试液于原子吸收光谱仪波长 279.5 nm 处测量吸光度,以工作曲线法测定锰量。

3 试剂与材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂;所用水为去离子水,其电阻率不小于 18.2 M Ω 。

3.1 过硫酸铵。

3.2 硝酸 (ρ 1.42 g/mL)。

3.3 过氧化氢 (ρ 1.44 g/mL)。

3.4 氨水。

3.5 硝酸(1+1)。

3.6 硝酸(1+9)。

3.7 过氧化氢-硝酸混合液:100 mL 硝酸(3.6)中加入 5 mL 过氧化氢(3.3)。

3.8 氯化铁溶液:称取 1.43 g 氯化铁于 300 mL 烧杯中,以水润湿,加入 30 mL 硝酸(3.5),待溶解完全后移入 500 mL 容量瓶中,以水洗烧杯数次,并倒入容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含铁 2.0 mg。

3.9 锰标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属锰 ($w_{\text{Mn}} \geq 99.99\%$),置于 300 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(3.5),加热至溶解完全,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 100 μg 锰。

3.10 锰标准溶液:移取 2.5 mL 锰标准贮存溶液(3.9)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,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 0.020 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

精密度:在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%。

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 0.7。