

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、2mg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 氢氧化铵（比重0.90）。

2.6 氢氧化铵（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5ml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）、1ml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1ml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1ml含0.01mg锰。

3 仪器

分光光度计。