



中华人民共和国国家标准

GB/T 4325.20—2013
代替 GB/T 4325.22—1984

GB/T 4325.20—2013

钼化学分析方法 第 20 部分：锰量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of molybdenum—
Part 20: Determination of manganese content—
Flame atomic absorption spectrometry

中华人民共和国
国家标准
钼化学分析方法
第 20 部分：锰量的测定
火焰原子吸收光谱法
GB/T 4325.20—2013

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字
2013 年 6 月第一版 2013 年 6 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-47286 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 4325.20—2013

2013-05-09 发布

2014-02-01 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

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 2 g。

表 1

锰的质量分数/%	试料量/g	移取体积/mL
0.000 2~0.005 0	1.00	100
>0.005 0~0.010	0.50	100
>0.010~0.100	0.20	20

6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 200 mL 烧杯中,加入少量水润湿,加入 5 mL 过氧化氢(3.1),待剧烈反应后,加入约 50 mL 水加热煮沸至溶解完全。加入 2 mL 硝酸(3.2),继续煮沸 1 min,取下冷却,移入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

注:对于难溶试料,必要时补加 5 mL~10 mL 过氧化氢(3.1),继续煮沸至试料溶完。

6.4.2 将试液(6.4.1)于原子吸收光谱仪波长 279.5 nm 处,用空气-乙炔火焰,以水调零,测量试液及随同试料空白的吸光度。从工作曲线上查出相应的锰的浓度。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 按表 1 试料量称取相应量钼基体(3.4)6 份,分别置于一组 200 mL 烧杯中。加入 5 mL 过氧化氢(3.1),低温加热完全溶解。加入少量水及 2 mL 硝酸(3.2),煮沸 1 min~2 min,取下,冷却后移入一组 100 mL 容量瓶中,依次加入 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 锰标准溶液(3.6),用水稀释至刻度,混匀。

6.5.2 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 279.5 nm 处,以水调零,测量系列标准溶液的吸光度,以锰的浓度为横坐标,吸光度值为纵坐标绘制工作曲线。

7 分析结果的表述

锰含量以锰的质量分数 w_{Mn} 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_{Mn} = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \cdot V_2 \times V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \times V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ_1 —— 试料溶液中锰的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

前 言

GB/T 4325《钼化学分析方法》分为 26 部分:

- 第 1 部分:铅量的测定 石墨炉原子吸收光谱法;
- 第 2 部分:镉量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 3 部分:铋量的测定 原子荧光光谱法;
- 第 4 部分:锡量的测定 原子荧光光谱法;
- 第 5 部分:锑量的测定 原子荧光光谱法;
- 第 6 部分:砷量的测定 原子荧光光谱法;
- 第 7 部分:铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 8 部分:钴量的测定 钴试剂分光光度法和火焰原子吸收光谱法;
- 第 9 部分:镍量的测定 丁二酮肟分光光度法和火焰原子吸收光谱法;
- 第 10 部分:铜量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 11 部分:铝量的测定 铬天青 S 分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 12 部分:硅量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 13 部分:钙量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 14 部分:镁量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 15 部分:钠量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 16 部分:钾量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 17 部分:钛量的测定 二安替比林甲烷分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 18 部分:钒量的测定 钼试剂分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 19 部分:铬量的测定 二苯基碳酰二肼分光光度法;
- 第 20 部分:锰量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 21 部分:碳量和硫量的测定 高频燃烧红外吸收法;
- 第 22 部分:磷量的测定 钼蓝分光光度法;
- 第 23 部分:氧量和氮量的测定 惰气熔融红外吸收法-热导法;
- 第 24 部分:钨量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 25 部分:氢量的测定 惰气熔融红外吸收法/热导法;
- 第 26 部分:铝、镁、钙、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、砷、镉、锡、锑、钨、铅和铋量的测定 电感耦合等离子体质谱法。

本部分为 GB/T 4325 的第 20 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 4325.22—1984《钼化学分析方法 甲醛肟光度法测定锰量》。本部分与 GB/T 4325.22—1984 相比,主要技术变化如下:

- 将“甲醛肟光度法测定”改为“火焰原子吸收光谱法”;
- 测定范围调整为 0.000 2%~0.100%;
- 增加了重复性条款。
- 增加了试验报告。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分起草单位:金堆城钼业股份有限公司、北京有色金属研究总院、西部金属材料股份有限公司。

本部分主要起草人：胡耕科、杨莉、张江峰、王郭亮、贺鑫、李满芝、赵飞。
本部分所代替标准的历次版本发布情况为：
——GB/T 4325.22—1984。

钼化学分析方法 第20部分：锰量的测定 火焰原子吸收光谱法

1 范围

GB/T 4325 的本部分规定了钼中锰量的测定方法。
本部分适用于钼粉、钼条、纯三氧化钼、钼酸铵中锰量的测定。测定范围：0.000 2%~0.100%。

2 方法提要

试料以过氧化氢、硝酸或硝酸、盐酸分解。分别在稀硝酸或盐酸介质中，于原子吸收光谱仪波长 279.5 nm 处，用空气-乙炔火焰测量其吸光度。

3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

- 3.1 过氧化氢($\rho=1.10$ g/mL)。
- 3.2 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)，优级纯。
- 3.3 硫酸(1+19)，优级纯。
- 3.4 钼基体：应与试样性质基体相同，并不含被测元素，或含量极微。
- 3.5 锰标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 金属锰($w_{\text{Mn}}\geq 99.9\%$)于 250 mL 烧杯中，加 100 mL 硫酸(3.3)，低温加热溶解完全。取下冷却至室温，移入 1 L 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 锰。
- 3.6 锰标准溶液：移取 10.00 mL 锰标准贮存溶液(3.5)于 100 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 锰。

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：
——特征浓度：在与测定试液的基体一致的溶液中，锰的特征浓度应不大于 0.02 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。
——精密度：测量最高标准溶液 10 次，其吸光度的标准偏差应不超过平均吸光度的 1.5%；用最低浓度的标准溶液(不是“零”浓度标准溶液)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。

5 试样

钼条应粉碎并通过 0.75 mm 标准筛网。