

8 结果计算

按式(1)计算锰含量(质量分数),其数值以%表示。

$$\omega_{\text{Mn}} = \frac{m_1 \times 100 \times 100}{m_0 \times 20 \times 10^6} = \frac{5m_1}{m_0 \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$m_0$ ——试料(7.1)的质量,单位为克(g);

$m_1$ ——分取液(7.1)所含锰的质量,单位为微克( $\mu\text{g}$ )。

9 允许差

实验室间二个独立分析结果的差值不应大于表3所列相应的允许差。

表3 允许差 %

锰含量(质量分数)	允许差
0.006~0.010	0.003
>0.010~0.050	0.006
>0.050~0.100	0.015
>0.10~0.40	0.025

10 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 鉴别试料、实验室和分析日期等资料;
- b) 遵守本标准规定的程度;
- c) 分析结果及其表示;
- d) 测定中观察到的异常现象;
- e) 对分析结果可能有影响而本标准未包括的操作,或者任选的操作。

GB/T 5195.11—2006



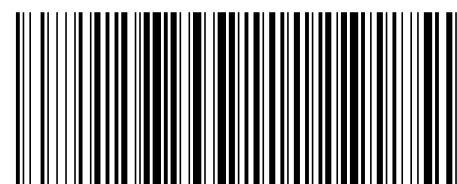
# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5195.11—2006

## 萤石 锰含量的测定 高碘酸盐分光光度法

Fluorspar—Determination of manganese content—  
The periodate spectrophotometric method

(ISO 9062:1992,MOD)



GB/T 5195.11—2006

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-28379

定价: 8.00 元

2006-08-16 发布

2007-01-01 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

表 1 校准溶液 A

锰标准溶液 A(4.8)体积/ mL	相应的锰质量/ μg
0 <sup>a</sup>	0
0.5	50
1.0	100
2.0	200
4.0	400
6.0	600
8.0	800

<sup>a</sup> 空白校准溶液(绘制工作曲线的试剂空白溶液)。

表 2 校准溶液 B

锰标准溶液 B(4.9)体积/ mL	相应的锰质量/ μg
0 <sup>a</sup>	0
0.5	10
1.0	20
2.0	40
4.0	80
6.0	120
8.0	160

<sup>a</sup> 空白校准溶液(绘制工作曲线的试剂空白溶液)。

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
萤 石 锰 含 量 的 测 定  
高 碘 酸 盐 分 光 光 度 法  
GB/T 5195.11—2006

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 www.bzcb.com

电话:68523946 68517548

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 9 千字

2006年11月第一版 2006年11月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-28379 定价 8.00 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)68533533

7.3.2 吸光度测量

7.3.2.1 锰含量(质量分数)范围为 0.03%~0.4%时

用 7.3.1.1 准备的校准溶液 A 进行吸光度测量,使用分光光度计(5.5)在 545 nm 波长处,用 1 cm 比色皿(5.6),以水调节零点,进行测量。

7.3.2.2 锰含量(质量分数)范围为 0.006%~0.08%时

按照 7.3.2.1 的方法,用 5 cm 比色皿(5.6)替代 1 cm 比色皿(5.6),按 7.3.1.2 准备的校准溶液 B 进行吸光度测量。

7.3.3 绘制校准曲线

用每一个校准溶液测得的吸光度减去空白校准溶液的吸光度得到净吸光度,以净吸光度为纵坐标,以校准溶液中所含锰的质量为横坐标(单位为微克),绘制校准曲线。

7.4 测定

7.4.1 高锰酸离子的形成和空白校准溶液的制备

移取 2 份 20 mL 试料溶液(7.1),分别移入 2 个 150 mL 烧杯中,并分别加入 4 mL 盐酸(4.5),4 mL 硝酸(4.1),4 mL 磷酸(4.4),对其中一个加入 10 mL 高碘酸钠(4.6)作为显色液,另一个烧杯加入 10 mL 水作参比液。盖上表面皿,加热至刚沸,并保持 30 min,加水使体积控制在 30 mL~40 mL,冷却。移入 50 mL 容量瓶中,加水稀释到刻度并混匀。

7.4.2 吸光度测量

按 7.3.2 规定对试料溶液进行测量,使用 1 cm 或 5 cm 比色皿(5.6),以参比液作参比,测定显色液的吸光度。

用每一个显色液的吸光度减去空白溶液的吸光度得到净的吸光度。从校准曲线上查得相应的锰含量。

- 5.2 聚四氟乙烯烧杯。  
 5.3 铂坩埚:体积约 30 mL。  
 5.4 可控温电热板。  
 5.5 分光光度计:最小读数 0.001。  
 5.6 比色皿:1 cm 和 5 cm。

## 6 试样

按照 GB/T 2008 制备试样。在玛瑙研钵中研磨试样,直到能通过 0.063 nm 的筛网,将过筛后的试样置于保持温度在  $105^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$  的烘箱(5.1)中烘干 2 h 后,放入干燥器冷却。

## 7 分析步骤

**警告:**使用高氯酸时可能会发生危险,应在通风橱内进行。

### 7.1 试料及试料溶液的制备

称取 1.00 g(精确至 0.2 mg)试料,放入聚四氟乙烯烧杯(5.2)中。加入 2 mL~3 mL 水,轻轻缓慢摇动,加入 10 mL 硝酸(4.1),10 mL 盐酸(4.5),10 mL 高氯酸(4.2)和 15 mL 氢氟酸(4.3),于  $220^{\circ}\text{C}$  电热板(5.4)上小心加热至冒高氯酸烟,保持缓慢冒烟 5 min。冷却后加入 2 mL~3 mL 水,然后小心加热至冒高氯酸烟,保持缓慢冒烟,保持 5 min,冷却。

加入 10 mL 水,5 mL 盐酸(4.5),5 mL 硝酸(4.1)加温溶解样品,将其移入 150 mL 烧杯中,盖上表面皿,加热冒高氯酸烟,出现高氯酸回流,加热回流 5 min,高氯酸的体积控制不少于 3 mL。如果需要,可补加高氯酸,冷却。

加入 20 mL 水和 5 mL 硝酸(4.1),加热至沸腾,并保持沸腾 5 min,冷却后移入 100 mL 容量瓶中,加水稀释到刻度,混匀。

如果存在不溶物,按下面步骤处理。

采用滤纸,过滤溶液至 100 mL 容量瓶中,并用热水冲洗三次。将滤纸及残渣放入铂坩埚内(5.3),干燥并在  $500^{\circ}\text{C}\sim 600^{\circ}\text{C}$  灰化。用 1 g 无水碳酸钠熔融残渣,用 10 mL 水和 3 mL 硝酸(4.1)溶解,加热至沸腾,除掉二氧化碳,再合并至 100 mL 容量瓶中。

### 7.2 空白试验

随同试料做空白试验。

### 7.3 绘制校准曲线

#### 7.3.1 校准溶液的制备

##### 7.3.1.1 锰含量(质量分数)范围为 0.03%~0.4%时

- 在一系列 7 个 150 mL 烧杯中加入标准溶液 A(4.8),如表 1 所示。
- 在每个烧杯中,加入 4 mL 硝酸(4.1),4 mL 盐酸(4.5),4 mL 磷酸(4.4)和 10 mL 高碘酸钠(4.6),用水稀释至 40 mL,盖上表面皿,加热至刚沸,慢慢蒸煮并保持 30 min,加水使体积控制在 30 mL~40 mL,冷却。移入 50 mL 容量瓶中加水稀释到刻度并混匀。

##### 7.3.1.2 锰含量(质量分数)范围为 0.006%~0.08%时

- 在一系列 7 个 150 mL 烧杯中,加入标准溶液 B(4.9),如表 2 所示。
- 按照 7.3.1.1b)规定进行操作。

## 前 言

本标准修改采用 ISO 9062:1992《酸级和陶瓷级萤石 锰含量测定 高碘酸盐光度法》(英文版)。

本标准与 ISO 9062:1992 比较,进行了如下修改:

——将标题中“酸级和陶瓷级萤石”改为“萤石”。

——在“2 规范性引用文件”中将“ISO 8868:1989《萤石 取样和制样》”改用“GB/T 2008《散装氟石的取样、制样》”。

——本标准采用聚四氟乙烯烧杯替代铂坩埚,并加入氢氟酸溶样。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由冶金工业信息标准研究院归口。

本标准起草单位:首钢总公司。

本标准主要起草人:张健、刘卫平、张东生、杨志强。