

# 电子玻璃中二氧化锰的分析 (高碘酸钾氧化法)

GB 9000.17-88

降为 SJ/T 10901-96

Determination of manganese dioxide  
in electronic glass by the potassium  
periodate oxidation method

电子玻璃中二氧化锰的含量通常在0.001%~0.1%之间,也有少数玻璃中二氧化锰的含量超过0.1%。铬和铁干扰锰的测定。为了消除铬的干扰,当铬含量低于0.01%时在525nm波长处测定吸收度,铬含量高于0.01%时则在545nm处测定,铁含量不高时其干扰可以忽略,如果氧化铁含量超过了0.5%,可以在试剂空白液中加入相同量的铁以抵消试样中铁的干扰。

本方法应按GB 9000.1《电子玻璃化学分析方法总则》的要求进行。

## 1 方法提要

试样经氢氟酸及高氯酸分解,挥发除尽二氧化硅。将残渣溶解在硝酸介质中,以高碘酸钾氧化,使锰显色。测定吸光度。

## 2 试剂及溶液

二氧化锰标准储备溶液: 1 mg/ml

准确称取0.6320 g 金属锰(99.99%以上,表面如有氧化层应除尽),加热溶解于10ml硝酸中,溶解完全后,以水稀释至约50ml,煮沸以除去氮的氧化物,冷却,移入1000ml容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。

二氧化锰标准溶液 A: 0.1mg/ml,

吸取二氧化锰标准储备溶液50ml于500ml容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。

二氧化锰标准溶液 B: 0.01mg/ml,

吸取二氧化锰标准溶液 A 50ml于500ml容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。

高碘酸钾;

氢氟酸;

高氯酸;

硝酸: 1:1;

磷酸。

## 3 分析步骤

3.1 准确称取0.5 g 试样于铂皿中,用少许水润湿,加氢氟酸15ml,高氯酸5 ml。置于砂浴上加热,蒸发至开始产生高氯酸白烟,冷却。用水冲洗铂皿内壁,再于砂浴上加热蒸发,使产生浓厚白烟,并继续加热至湿盐状。冷却,加入1:1的硝酸20ml,溶解残渣,移入150ml的烧杯中,以水稀释至约40 ml。加入1 ml磷酸,2~3个玻璃珠或小瓷片,加0.3 g 高碘酸钾,盖上表面皿,加热煮沸20min。冷