

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 568.10—2008
代替 YS/T 568.10—2006

氧化锆、氧化铪化学分析方法 锰含量的测定 高碘酸钾分光光度法

Chemical analysis methods for zirconium oxide and hafnium oxide
-Determination of manganese content
-Potassium periodate spectrophotometric method

2008-03-12 发布

2008-09-01 实施

国家发展和改革委员会 发布

前 言

YS/T 568—2006《氧化锆、氧化钪化学分析方法》共分为 11 个部分：

- 第 1 部分 氧化锆和氧化钪量的测定 苦杏仁酸重量法
- 第 2 部分 铁量的测定 磺基水杨酸分光光度法
- 第 3 部分 硅量的测定 硅钼蓝分光光度法
- 第 4 部分 铝量的测定 铬天青 S-氯化十四烷基吡啶分光光度法
- 第 5 部分 钠量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 6 部分 钛量的测定 二安替吡啶甲烷分光光度法
- 第 7 部分 磷量的测定 铋盐-抗坏血酸-磷钼蓝分光光度法
- 第 8 部分 氧化锆中铝、钙、镁、锰、钠、镍、铁、钛、锌、钼、钒、钪量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法
- 第 9 部分 氧化钪中铝、钙、镁、锰、钠、镍、铁、钛、锌、钼、钪、钪量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法
- 第 10 部分 锰量的测定 高碘酸钾分光光度法
- 第 11 部分 镍量的测定 α -联吡啶甲酰二肼分光光度法

本部分为第 10 部分。

本部分代替 YS/T 568.10-2006《氧化锆、氧化钪中锰量的测定》(原 GB/T 2590.10-1981)。

本部分与 YS/T 568.10-2006 相比主要变化如下：

- 增加了“7.1 重复性”条款。
- 增加了“8 质量保证与控制”条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由北京有色金属研究总院、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由北京有色金属研究总院起草。

本部分主要起草人：张英新、颜广灵、胡振平

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 2590.10-1981、YS/T 568.10-2006

氧化锆、氧化钪化学分析方法

锰含量的测定

高碘酸钾分光光度法

1 范围

本部分规定了氧化锆及氧化钪中锰含量的测定方法。

本部分适用于氧化锆及氧化钪中锰含量的测定。测定范围：0.003%~0.03%。

2 方法提要

试料以硫酸、硫酸铵溶解，用高碘酸钾将低价锰氧化成高锰酸，于分光光度计波长 530nm 处，测其吸光度。

3 试剂

3.1 硫酸铵。

3.2 高碘酸钾。

3.3 硫酸(ρ1.84g/mL)，优级纯。

3.4 硝酸(ρ1.42g/mL)，优级纯。

3.5 亚硝酸钠溶液(100g/L)

3.6 锰标准贮存溶液：

称取 1.0000g 金属锰($w>99.9\%$)(称量前用稀硫酸洗去表面氧化物，再用水洗去酸后，烘干)加入 20mL 硫酸(1+4)，加热溶解，用水移入 1000mL 容量瓶中，并稀释至刻度，摇匀。此溶液 1mL 含 1mg 锰。

3.7 锰标准溶液：移取 25.00mL 锰标准贮存溶液，置于 250mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1mL 含 100μg 锰。

4 仪器

分光光度计

5 分析步骤

5.1 试料

称取 0.50g 至 1.0g 试样，精确至 0.0001g。

5.2 测定次数

独立的进行两次测定，取其平均值。

5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

5.4 测定

5.4.1 将试料置于 150mL 干烧杯中，加入 10mL 硫酸 (3.3)和 5g 硫酸铵 (3.1)，盖上表皿，在电炉上加热至试料完全溶解。冷却，用水吹洗表皿及杯壁。

5.4.2 加入 1.5mL 硝酸(3.4)，用水稀释至 50mL，混匀，加热至近沸，取下，加入 0.3g 高碘酸钾 (3.2)，加热煮沸 12min。冷却，用水移入 50mL 容量瓶中，并稀释至刻度，摇匀，如有混浊，则取部分溶液进行离心分离。

5.4.3 移入 3cm 吸收皿中，以水作参比，若试样中镍、铁等有色离子含量高时，可将试料溶液倒在二个吸收皿中。加入 1~2 滴亚硝酸钠溶液 (3.5) 于其中一个吸收皿中，用塑料棒搅匀，使高锰酸褪色，以此为参比溶液。在分光光度计上，于波长 530nm 处，测其吸光度，减去随同试料的空白试验溶液的吸光度，从工作曲线上查出相应的锰量。

5.5 工作曲线的绘制:

移取 0、0.10、0.30、0.50、0.70、1.00mL 锰标准溶液(3.7)，分别置于一组 150mL 干烧杯中，加入 10mL 硫酸(3.3)和 5g 硫酸铵 (3.1)，以下按分析步骤 5.4.2 操作，移入 3cm 吸收皿中，以水作参比，在分光光度计上，于波长 530nm 处，测其吸光度，绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

按式 (1) 计算锰的质量分数 (%)：

$$w(\text{Mn}) = \frac{m \times 10^{-6}}{m_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m ——从工作曲线上查得的锰量， μg ；

m_0 ——试料的质量，g。

7 精密度

7.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r)，超过重复性限(r)的情况不超过 5%。重复性限(r)按表 1 数据采用线性内插法求得。

表 1

锰质量分数 $w / \%$	重复性限 $r / \%$
0.0028	0.0008
0.011	0.002
0.029	0.003

注：重复性限 (r) 为 $2.8 \times S_r$ ， S_r 为重复性标准差。

7.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差

表 2

锰质量分数% $w / \%$	允许差% $\Delta / \%$
0.0030~0.0080	0.0008
>0.0080 ~ 0.0150	0.0020
>0.0150 ~ 0.0300	0.0030

8 质量保证与控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品，每六个月校核一次本部分的有效性。当过程失控时，应找出原因。纠正错误后，重新进行校核。