



中华人民共和国国家标准

GB/T 6609.11—2004
代替 GB/T 6609.11—1986

氧化铝化学分析方法和 物理性能测定方法 火焰原子吸收光谱法 测定一氧化锰含量

Chemical analysis methods and
determination of physical performance of alumina
—Determination of manganous oxide content
—Flame atomic absorption spectrophotometric method

(ISO 3390:1976 NEQ)

2004-02-05 发布

2004-07-01 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

前 言

GB/T 6609—2004 分为 29 部分,本标准为第 11 部分。

本标准是对 GB/T 6609.11—1986《氧化铝化学分析方法 原子吸收分光光度法测定一氧化锰量》的修订,基本内容没有变化。

本标准非等效采用 ISO 3390:1976《主要用于铝生产的氧化铝 锰含量的测定 火焰原子吸收法》,主要技术差异有:

- 删除了 ISO 3390:1976 中的引言、引用文件、试验报告和附录;
- 增加了前言和精密度(重复性和允许差);
- 测定范围由 0.000 258%~0.006 46%扩大为 0.000 25%~0.008%;
- 溶样器从硅酸盐玻璃管改为聚四氟乙烯密封溶样器;
- 掩蔽剂由氰化钾改为酒石酸钾钠。

本标准自实施之日起,同时代替 GB/T 6609.11—1986。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本标准由中国铝业股份有限公司郑州研究院、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本标准由中国铝业股份有限公司河南分公司起草。

本标准主要起草人:王新亮、赵春晖、李春潮、李成霞、董良。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 6609.11—1986。

氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法

火焰原子吸收光谱法测定一氧化锰含量

1 范围

本标准规定了氧化铝中一氧化锰含量的测定方法。

本标准适用于氧化铝中一氧化锰含量的测定。测定范围:0.000 25%~0.008%。

2 方法原理

试料在聚四氟乙烯密封溶样器中用盐酸恒温溶解后,在酒石酸钾钠掩蔽下,调节溶液的 pH 至 11.8,以三氯甲烷萃取 2-甲基-8 羟基喹啉锰络合物,使锰和干扰元素分离,在低温加热下使有机相干燥,残留物用稀盐酸溶解,在原子吸收光谱仪波长 279.5 nm 处,使用空气-乙炔火焰,测量其吸光度,以测定一氧化锰的含量。

3 试剂

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL):优级纯。

3.2 三氯甲烷。

3.3 盐酸:(1+120)。

3.4 氢氧化钠溶液:500 g/L。

3.5 酒石酸钾钠溶液:200 g/L。

3.6 2-甲基-8 羟基喹啉溶液(20 g/L):称取 2.0 g 2-甲基-8 羟基喹啉($C_{10}H_9NO$)溶解于 5 mL 的冰乙酸中,用水稀释至 100 mL,混匀。

3.7 一氧化锰标准贮存溶液:称取 0.619 6 g 优级纯金属锰置于 150 mL 烧杯中,加入 12 mL 盐酸(1+1),盖上表皿,温热至锰全部溶解,冷却至室温,将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.8 mg 一氧化锰。

3.8 一氧化锰标准溶液:移取 10.00 mL 一氧化锰标准贮存溶液(3.7)置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.008 mg 一氧化锰。

4 仪器、装置及器具

4.1 pH 计。

4.2 干燥器:用新活性氧化铝作干燥剂。

4.3 原子吸收光谱仪,附锰空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡达到下列指标者均可使用:

特征浓度:在与测量溶液的基体相一致的溶液中,一氧化锰的特征浓度应不大于 0.030 μ g/mL。

精密密度:用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度,其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。

4.4 聚四氟乙烯密封溶样器:见 GB/T 6609.7—2004 中图 1。