

ICS 点击此处添加 ICS 号
点击此处添加中国标准文献分类号



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX

钢渣 氧化锰含量的测定 火焰原子吸收光谱法

teel slag-The determination of manganese oxide content –The flame atomic absorption spectrometric method

点击此处添加与国际标准一致性程度的标识

(工作组讨论稿)

XXXX – XX – XX 发布

XXXX – XX – XX 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本部分为GB/T 38216的第 部分,GB/T 38216已发布了以下部分:

GB/T 38216.1 钢渣 氧化铬含量的测定 二苯基碳酰二肼分光光度法

GB/T 38216.2 钢渣 氟和氯含量的测定 离子色谱法

本文件由中国钢铁工业协会提出。

本文件由全国钢标准化技术委员会(SAC/TC183)归口。

本文件起草单位:首钢京唐钢铁联合有限责任公司、首钢技术研究院、包头钢铁公司、酒泉钢铁股份有限公司、钢研纳克股份有限公司、恒基耐火材料有限公司、山东冶金研究院、鞍山钢铁股份有限公司

本文件主要起草人:

...

钢渣 氧化锰含量的测定 火焰原子吸收光谱法

1 范围

本部分规定了采用原子吸收光谱法测定氧化锰含量的方法。

本部分适用于钢渣中氧化锰含量的测定，测定范围：（质量分数）0.1~13.00%。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 2007.2 钢渣 氧化锰含量的测定 火焰原子吸收光谱法制备

GB/T 6379.1 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第1部分：总则与定义

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 7728 冶金产品化学分析，火焰原子吸收光谱法通则

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶

GB/T 12807 实验室玻璃仪器 分度吸量管

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管

3 术语和定义

3.1 本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

4.1 试样于聚四氟乙烯烧杯中，用盐酸、硝酸、氢氟酸进行分解，高氯酸冒烟驱尽氟和硅，在盐酸介质中，将试液喷入空气乙炔火焰中，用锰空心阴极灯作光源，于 279.5nm 处测量吸光度。

5 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与其纯度相当的水。

5.1 无水碳酸钠，固体。

5.2 盐酸（ ρ 1.19g/mL）。

5.3 硝酸（ ρ 1.42g/mL）。

5.4 盐酸(1+1)。

5.5 氢氟酸(ρ 1.15g/mL)。

5.6 高氯酸(ρ 1.67g/mL)。

5.7 氧化锰标准溶液(1000ppm)

氧化锰标准溶液, 1000 μ g/mL, 称取0.7745g纯金属锰(Mn>99.95%)预先用稀硝酸洗净表面氧化物, 取出, 立即用蒸馏水反复洗净, 再放在无水乙醇中洗4次~5次, 取出放在干燥器中(干燥后方便使用), 置于250mL烧杯中, 加20mL硝酸(1+3), 加热溶解, 煮沸驱尽氮氧化物, 取下冷却至室温, 移入1000mL容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

5.8 氧化锰标准溶液(200ppm)

移取50.00mL氧化锰标准溶液置于250mL容量瓶中, 加入50mL硝酸(1+3), 用水稀释至刻度, 混匀。

6 仪器

6.1 烘箱: 温度可控制在 $105^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$

6.2 250mL 聚四氟乙烯烧杯

6.3 铂坩埚, 体积约30mL

6.4 高温炉, 可调温度范围 $500^{\circ}\text{C}\sim 1100^{\circ}\text{C}$, 控制精度为 $\pm 20^{\circ}\text{C}$

6.5 原子吸收光谱仪, 备有锰空心阴极灯, 供给的空气-乙炔气体要足够纯净, 不含水、油以及锰, 以提供稳定清澈的贫燃火焰。

按GB/T7728对原子吸收光谱仪性能的判断, 所用原子吸收光谱仪应达到下列要求:

a) 精密度的最低要求

用最高浓度的校准溶液, 测量10次吸光度, 计算其标准偏差, 此标准偏差不得超过此溶液吸光度平均值的1.5%, 用最低浓度的校准溶液(不是零浓度标准溶液), 测量10次吸光度, 计算其标准偏差, 此标准偏差不得超最高浓度校准溶液吸光度平均值的0.5%;

b) 特征浓度

氧化锰的特征浓度应小于0.10 μ g/ml

c) 校准曲线的线性

校准曲线按浓度分为五段, 最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比不应小于0.7.

6.6 除非另有规定, 容量瓶应符合 GB/T12806 的规定, 分度吸量管应符合 GB/T12807 的规定, 单标线吸量管应符合 GB/T12808 的规定。

7 取样和样品制备

按照GB/T 2007.2的规定进行制样, 试样应通过0.080mm筛孔。将过筛后的试样置于 $105^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 的烘箱中烘干1h, 取出置于干燥器中冷却至室温后称量。

8 分析步骤

8.1 试料

称取0.25g试样（7），精确到0.0001g。

8.2 测定次数

对同一试样，至少独立测定两次。

8.3 空白试验

随同试料进行空白试验。

8.4 试液的制备

8.4.1 将试料置于250ml聚四氟乙烯烧杯中，加入少量水湿润，加入10mL盐酸、5mL硝酸、5mL氢氟酸，低温加热至试样溶解后，加入5mL高氯酸，继续加热冒高氯酸烟至近干，取下冷却。加入5mL盐酸，用水冲洗杯壁，加热至沸并保持沸腾5min，如有残渣进行残渣处理，如无残渣，冷却后移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，测定。

8.4.2 残渣处理方法

将上述溶液（8.4.1）用慢速滤纸过滤到100mL容量瓶中，用热水冲洗烧杯，将残渣全部移到滤纸上，用热水洗净滤纸和残渣，把滤液和洗液作为母液保存。将滤纸及残渣置于铂坩埚中，烘干、灰化，于800~900℃高温炉中灼烧10min，取出，待坩埚冷却至室温，加入1g无水碳酸钠于高温炉中，在900~1000℃完全熔融残渣。坩埚冷却后，置于250mL烧杯中，向坩埚内加入10mL热水、5mL盐酸，慢慢溶解熔融物，洗出坩埚，将溶液加热至沸，去除二氧化碳，溶液并入母液，用水稀释至刻度，混匀。

8.5 分取试液

分取试液见表1。

表1 分取试液量

氧化锰（质量分数）%	0.50~2.00	>2.00~5.00	>5.00~13.00
分取量/mL	25.00	10.00	5.00

补加5mL盐酸，用水稀释至刻度，混匀待测。

8.6 测定

按GB/T7728的要求和操作将原子吸收光谱仪调节至最佳工作条件，以空气-乙炔火焰，于波长279.5nm处，用水调零点，测量吸光度，测量值减去空白吸光度值。从校准曲线上查出相应氧化锰浓度。

8.7 校准曲线的建立

按表2移取氧化锰标准溶液于100mL容量瓶中，加5mL盐酸，以下按8.6操作，测量吸光度。

表2 氧化锰移取量 (mL)

标液	1	2	3	4	5	6
氧化锰标准溶液	0	1.00	2.00	4.00	6.00	8.00

以校准曲线溶液的吸光度为纵坐标，校准曲线溶液中加入的氧化锰为横坐标，绘制校准曲线。

注：如果基体干扰较大，可加入相应量的主元素打底，或者使用相同物料的标样做校准曲线，以消除基体干扰。

9 结果计算

9.1 按式（1）计算试料中氧化锰的含量 ω_{MnO} （质量分数）：

$$\omega_{\text{MnO}} = (C_1 - C_0) \times f \times 100 / (m \times 10^6) \quad (1)$$

式中：

ω_{MnO} —氧化锰的质量分数，单位为%；

C_1 —从校准曲线上查得显色溶液中的MnO量，单位为微克（ μg ）；

C_0 —从校准曲线上查得空白溶液中的MnO量，单位为微克（ μg ）；

f —稀释倍数；

m —试料量，单位为克（ g ）。

9.2 结果的表示

采用试料平行测定结果的算术平均值为试样的氧化锰含量。同一试样两次独立分析结果差值的绝对值不大于重复性 r ，则取算术平均值作为分析结果。如果两次独立分析结果差值的绝对值大于重复性限 r ，则按照附录A的规定追加测量次数并确定分析结果。

数值修约按GB/T8170的规定执行，所得结果保留至小数点后两位。

10 精密度

该精密度试验是由8个实验室对10个不同水平的氧化锰含量进行共同试验确定的，每个实验室对每个水平的元素按照GB/T6379.1的规定的重复性条件下独立测定3次。对各实验室报出的原始数据（测定值）按照GB/T6379.2进行统计分析，精密度见表3。

表3 精密度

MnO 含量（质量分数）/%	重复性限 r	再现性 R
0.1~13.00%	$r = 0.0181m + 0.0062$	$\lg R = -0.9979 + 0.7651 \lg m$

在重复性限条件下，获得的两次独立测试结果的绝对值不大于重复性限（ r ），以大于重复性限（ r ）

的情况不超过 5%为前提。

在再现性条件下，获得的两次独立测试结果的绝对值不大于再现性（ R ），以大于再现性（ R ）的情况不超过 5%为前提。

11 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 实验室的名称和地址
- b) 试验报告的签发日期
- c) 本部分的标准号
- d) 识别试样必要的细节
- e) 分析结果
- f) 结果的编号

g) 在测定过程中观察到的异常现象和本部分中没有规定的可能对试样和认证标准物质的结果产生影响的任何操作。

附录 A
(规范性)
名称

(规范性附录)
试样分析值接受程序流程图

