



中华人民共和国国家标准

GB/T 14506.10—2010
代替 GB/T 14506.10—1993

硅酸盐岩石化学分析方法 第 10 部分：氧化锰量测定

Methods for chemical analysis of silicate rocks—
Part 10: Determination of manganese oxide content

2010-11-10 发布

2011-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 14506《硅酸盐岩石化学分析方法》由以下 30 部分组成：

- 第 1 部分：吸附水量测定；
- 第 2 部分：化合水量测定；
- 第 3 部分：二氧化硅量测定；
- 第 4 部分：三氧化二铝量测定；
- 第 5 部分：总铁量测定；
- 第 6 部分：氧化钙量测定；
- 第 7 部分：氧化镁量测定；
- 第 8 部分：二氧化钛量测定；
- 第 9 部分：五氧化二磷量测定；
- 第 10 部分：氧化锰量测定；
- 第 11 部分：氧化钾和氧化钠量测定；
- 第 12 部分：氟量测定；
- 第 13 部分：硫量测定；
- 第 14 部分：氧化亚铁量测定；
- 第 15 部分：锂量测定；
- 第 16 部分：铷量测定；
- 第 17 部分：铯量测定；
- 第 18 部分：铜量测定；
- 第 19 部分：铅量测定；
- 第 20 部分：锌量测定；
- 第 21 部分：镍和钴量测定；
- 第 22 部分：钒量测定；
- 第 23 部分：铬量测定；
- 第 24 部分：镉量测定；
- 第 25 部分：钼和钨量测定；
- 第 26 部分：钡量测定；
- 第 27 部分：镍量测定；
- 第 28 部分：16 个主次成分量测定；
- 第 29 部分：稀土等 22 个元素量测定；
- 第 30 部分：44 个元素量测定。

本部分为 GB/T 14506 的第 10 部分。

本部分代替 GB/T 14506.10—1993《硅酸盐岩石化学分析方法 氧化锰的测定》。

本部分与原部分相比，主要变化如下：

- 增加了规范性引用文件；
- 增加了警示、警告内容；
- 将称取试料量和分取溶液改为列表表示。

本部分由中华人民共和国国土资源部提出。



本部分由全国国土资源标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位：国家地质实验测试中心。

本部分起草单位：黑龙江省地质矿产测试应用研究所。

本部分主要起草人：邢云秋、葛艳梅、董波。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 14506.10—1993。



硅酸盐岩石化学分析方法

第 10 部分:氧化锰量测定

警示——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 14506 的本部分规定了硅酸盐岩石中氧化锰量的测定方法。

本部分适用于硅酸盐岩石中氧化锰量的测定,也适用于土壤和水系沉积物中氧化锰量的测定。

测定范围:高碘酸钾光度法,0.02%~2%的氧化锰量。火焰原子吸收分光光度法,0.005%~1%的氧化锰量。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 14506 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 14506.1 硅酸盐岩石化学分析方法 第 1 部分:吸附水量测定

3 高碘酸钾光度法

3.1 原理

分离二氧化硅后的滤液,用硫酸冒烟赶尽氯离子,用硝酸破坏有机物;或者称样用硫酸、氢氟酸、硝酸处理。制成 5%~10%的硫酸溶液,加高碘酸钾将二价锰氧化成紫红色的高锰酸,在分光光度计上,波长 525 nm 处测量其吸光度,计算氧化锰量。

其反应式为: $2\text{Mn}^{2+} + 5\text{IO}_4^- + 3\text{H}_2\text{O} \rightarrow 2\text{MnO}_4^- + 5\text{IO}_3^- + 6\text{H}^+$



3.2 试剂

本部分除非另有说明,在分析中均使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 的分析实验室用水。

3.2.1 高碘酸钾。

3.2.2 乙醇。

3.2.3 氢氟酸(ρ 1.15 g/mL)。警告——氢氟酸有毒并有腐蚀性,操作时应戴手套,防止皮肤接触。

3.2.4 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.2.5 硫酸(1+1)。警告——不当的稀释易发生危险!

3.2.6 硫酸(5+95)。

3.2.7 磷酸(1+1)。

3.2.8 氧化锰标准溶液的配制:

a) 氧化锰标准储备溶液(1.000 0 mg/mL):

称取 0.774 5 g 预先经稀硫酸(3.2.6)处理,再用乙醇(3.2.2)洗净,风干后的高纯金属锰,置于烧杯中,加 100 mL 硫酸(3.2.6),加热溶解,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀;

- b) 氧化锰标准工作溶液(100.0 μg/mL):
分取 20.0 mL 氧化锰标准溶液[3.2.8a)],置于 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀;
- c) 氧化锰标准工作溶液(20.0 μg/mL):
分取 20.0 mL 氧化锰标准溶液[3.2.8b)],置于 10.0 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

3.3 仪器

- 3.3.1 分光光度计。
- 3.3.2 天平:三级,感量 0.1 mg。

3.4 试样

- 3.4.1 试样粒径应小于 74 μm。
- 3.4.2 试样应在 105 °C 预干燥 2 h~4 h,置于干燥器中,冷却至室温。
- 3.4.3 对易吸水的岩石,应取空气干燥试样,在称样的同时按 GB/T 14506.1 进行吸附水量的测定,最终以干态计算结果。

3.5 分析步骤

3.5.1 测定数量

同一试料,一般应进行双份测定,或按一定比例进行双份测定。

3.5.2 试料量

根据氧化锰含量范围按表 1 称取试料量和分取试料溶液。

表 1 试料量与分取试料溶液

含量范围/ %	试料量/ g	分取试料溶液/ mL	分取滤液 A/ mL
<1	0.2		25.00
>1	0.2	10.00	10.00

注:滤液 A 为 GB/T 14506.3 中(3.5.5.4)或(4.5.5.4)分离二氧化硅后的滤液。

3.5.3 空白试验

随同试料进行两份空白试验,所用试剂应取自同一试剂瓶,加入同等的量。

3.5.4 验证试验

随同试料分析同类型的标准物质。

3.5.5 测定

3.5.5.1 试料的分解

3.5.5.1.1 碱熔分解试料

按二氧化硅测定方法(第 3 部分)分析步骤进行。

3.5.5.1.2 酸分解试料

将试料(3.5.2)置于铂坩埚中,以水润湿,加入 1 mL 硫酸(3.2.5)、1 mL 硝酸(3.2.4)、10 mL 氢氟酸(3.2.3)。将坩埚置于电热板上加热分解,蒸发至冒白烟,取下冷却,用水冲洗坩埚内壁,再加热至硫酸烟冒尽,取下,冷却。

3.5.5.2 试液的处理

3.5.5.2.1 按(3.5.2)分取分离二氧化硅后的滤液 A,置于 100 mL 烧杯中,加 2 mL 硫酸(3.2.5)、2 mL 硝酸(3.2.4),加热至冒浓厚白烟,取下冷却,用水冲洗烧杯壁,再蒸发至冒浓厚白烟(以除尽氯离子),取下冷却。

3.5.5.2.2 向坩埚(3.5.5.1.2)内加 1 mL 硫酸(3.2.5),加 10 mL 水,加热溶解至溶液透明,移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。按(3.5.2)分离二氧化硅后的滤液 A,置于 100 mL 烧杯中。

3.5.5.3 校准溶液系列的配制

取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 氧化锰标准溶液[3.2.8c)]或 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 氧化锰标准溶液[3.2.8b)], 置于一系列 100 mL 烧杯中, 加水至约 70 mL, 以下按分析步骤(3.5.6)进行。

3.5.6 显色与测量

向烧杯(3.5.5.2.1 或 3.5.5.2.2)加 10 mL 硫酸(3.2.5)、10 mL 磷酸(3.2.7), 加水至 70 mL 左右, 加入 0.3 g 高碘酸钾(3.2.1), 盖上表面皿, 置于沸水浴上加热待紫色出现后再保持半小时, 取下冷却, 移入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。在分光光度计上, 以试剂空白为参比, 于波长 525 nm 处测量其吸光度。

3.5.7 校准曲线绘制

以氧化锰浓度为横坐标, 吸光度为纵坐标, 绘制校准曲线。从校准曲线上查得相应的氧化锰量。

3.6 结果计算

计算结果以质量分数 $w(\text{MnO})$ 计, 数值以 % 表示, 按式(1)计算氧化锰量。

$$w(\text{MnO}) = \frac{(m_1 - m_0)V \times 10^{-6}}{mV_1} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- m_1 ——从校准曲线上查得试料溶液的氧化锰量, 单位为微克(μg);
- m_0 ——从校准曲线上查得试料空白溶液的氧化锰量, 单位为微克(μg);
- V ——试料溶液总体积, 单位为毫升(mL);
- m ——试料量, 单位为克(g);
- V_1 ——分取试料溶液体积, 单位为毫升(mL)。

分析结果表示至小数点后第二位。

3.7 精密度

高碘酸钾光度法测定硅酸盐岩石中氧化锰量结果的精密度见表 2。

表 2 精密度 %

成 分	水平范围 m	重复性限 r	再现性限 R
MnO	0.02~0.20	$r=0.002+0.160m$	$R=0.007+0.192m$

注: 本精密度数据是由 8 个实验室对 10 个水平的试料进行实验确定的。

4 火焰原子吸收分光光度法

4.1 原理

分离二氧化硅后的滤液, 制成 2% 的盐酸溶液, 在原子吸收分光光度计上, 波长 279.5 nm 处, 以塞曼效应或连续光谱灯校正背景, 在空气-乙炔火焰中测量其吸光度, 计算氧化锰量。

4.2 试剂

4.2.1 盐酸(1+1)。

4.2.2 氧化锰标准溶液的配制:

- a) 氧化锰标准储备溶液(1.000 mg/mL):
称取 2.382 5 g 高纯硫酸锰($\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$), 溶解于水中, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀;
- b) 氧化锰标准工作溶液(100.0 $\mu\text{g/mL}$):
分取 20.00 mL 氧化锰标准溶液[4.2.2a)], 置于 200 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。
此溶液 1 mL 含 100.0 μg 氧化锰;

c) 氧化锰标准工作溶液(10.0 $\mu\text{g/mL}$):

分取 10.00 mL 氧化锰标准溶液[4.2.2b)],置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

此溶液 1 mL 含 10.0 μg 氧化锰。

4.3 仪器

原子吸收分光光度计,配有锰空心阴极灯。

4.4 试样

4.4.1 试样粒径应小于 74 μm 。

4.4.2 试样应在 105 $^{\circ}\text{C}$ 预干燥 2 h~4 h,置于干燥器中,冷却至室温。

4.4.3 对易吸水的岩石,应取空气干燥试料,在称样的同时按 GB/T 14506.1 进行吸附水量的测定,最终以干态计算结果。

4.5 分析步骤

4.5.1 测定数量

同一试料,一般应进行双份测定,或按一定比例进行双份测定。

4.5.2 试料量

根据氧化锰含量范围按表 3 称取试料量和分取试料溶液。

表 3 试料量与分取试料溶液

含量范围/ %	试料量/ g	分取试料溶液/ mL	分取滤液 A/ mL
<0.5	0.2		25.00
>0.5	0.2	10.00	10.00

注:滤液 A 为 GB/T 14506.3 中(3.5.5.4)或(4.5.5.4)分离二氧化硅后的滤液。

4.5.3 空白试验

随同试料进行两份空白试验,所用试剂应取自同一试剂瓶,加入同等的量。

4.5.4 验证试验

随同试料分析同类型的标准物质。

4.5.5 测定

4.5.5.1 试液的处理

按(4.5.2)分取分离二氧化硅后的滤液 A,置于 100 mL 或 50 mL 容量瓶中,补加盐酸(4.2.1)至酸度为 2%,用水稀释至刻度,摇匀。

4.5.5.2 校准溶液系列的配制

取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 氧化锰标准溶液[4.2.2c)]或 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 氧化锰标准溶液[4.2.2b)],置于一系列 100 mL 或 50 mL 容量瓶中,补加盐酸(4.2.1)至酸度为 2%,用水稀释至刻度,摇匀。

4.5.5.3 吸光度测量

警告——应按照原子吸收分光光度计仪器使用规程点燃和熄灭空气-乙炔燃烧器,以避免可能的爆炸危险。

在原子吸收分光光度计上,调节波长为 279.5 nm,光谱带宽为 0.7 nm~1.3 nm,点燃空气-乙炔火焰,用水调零,测量锰的吸光度。先用校准溶液系列中浓度最大的喷测,并调节火焰状态和燃烧器位置与高度,使测得的吸光度为最大。然后按浓度由低至高的顺序,依次测量空白试料溶液、氧化锰校准溶液系列和待测试料溶液(包括标准物质溶液)的吸光度。

4.5.5.4 校准曲线绘制

以氧化锰量为横坐标,校准溶液系列的吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。从校准曲线上分别查得相应的氧化锰量。

4.6 结果计算

计算结果以质量分数 $w(\text{MnO})$ 计,数值以 % 表示,按式(2)计算氧化锰量。

$$w(\text{MnO}) = \frac{(m_1 - m_0)V \times 10^{-6}}{mV_1} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- m_1 ——从校准曲线上查得试料溶液的氧化锰量,单位为微克(μg);
- m_0 ——从校准曲线上查得试料空白溶液的氧化锰量,单位为微克(μg);
- V ——试料溶液总体积,单位为毫升(mL);
- m ——试料量,单位为克(g);
- V_1 ——分取试料溶液体积,单位为毫升(mL)。

分析结果表示至小数点后第二位。

4.7 精密度

火焰原子吸收分光光度法测定硅酸盐岩石中氧化锰量结果的精密度见表 4。

表 4 精密度 %

成 分	水平范围 m	重复性限 r	再现性限 R
MnO	0.02~0.20	$r=0.001+0.100m$	$R=0.003+0.235m$
注:本精密度数据是由 8 个实验室对 10 个水平的试料进行实验确定的。			



参 考 文 献

- [1] GB/T 14506.3 硅酸盐岩石化学分析方法 第3部分：二氧化硅量测定
-



中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
硅酸盐岩石化学分析方法
第 10 部分：氧化锰量测定

GB/T 14506.10—2010

*

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.spc.net.cn

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

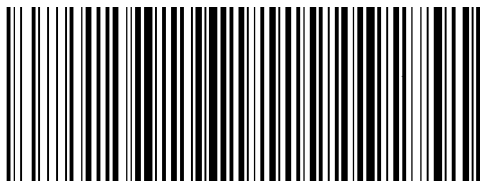
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字
2010 年 12 月第一版 2010 年 12 月第一次印刷

*

书号：155066·1-40954

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



GB/T 14506.10—2010