

UDC 631.89 : 543.08  
G 20



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 14540.3—93

---

## 复混肥料中锰的测定方法

**Determination of manganese content  
for compound fertilizers**

1993-12-30 发布

1994-10-01 实施

---

国家技术监督局 发布

本标准采用原子吸收光谱法和高锰酸盐分光光度法测定复混肥料中锰的含量。

## 第一篇 原子吸收光谱法

原子吸收光谱法为测定锰含量的仲裁方法。

### 1 主题内容和适用范围

本标准规定了测定锰的原子吸收光谱法。

本标准适用于复混肥料中 0.01%~1% 锰(Mn)含量的测定。

### 2 引用标准

GB 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB 6819 溶解乙炔

GB 8571 复混肥料 实验室样品制备

### 3 原理

试样溶液中的锰,在空气-乙炔火焰中原子化,所产生的原子蒸气吸收从锰空心阴极灯射出的特征波长 279.5nm 的光,吸光度的大小与火焰中锰基态原子浓度成正比。

### 4 试剂和材料

分析方法中,除特殊规定外,均使用分析纯试剂,所使用的水应符合 GB 6682 中三级水要求,所使用的乙炔,应符合 GB 6819 的规定。

4.1 盐酸(GB 622);

4.2 硝酸(GB 626);

4.3 盐酸(GB 622):1+5 溶液;

4.4 释放剂溶液。称取 60.9g 氯化锶( $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ),溶解于 300mL 水和 420mL 盐酸中,用水稀释到 1 000mL;

4.5 锰标准溶液:1mL 溶液含有 0.1mgMn。称取 0.308 0g 硫酸锰( $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ,高纯试剂),精确至 0.000 1g,用少量水溶解后,转移入 1 000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。

### 5 仪器、设备

通常的实验室仪器、设备和

- 5.1 原子吸收分光光度计:附有空气-乙炔燃烧器,锰空心阴极灯;  
5.2 振荡器:35~40r/min 上下旋转式振荡器,或其他相同效果的水平往复式振荡器。

## 6 样品的制备

按 GB 8571 制备样品。

## 7 分析步骤

### 7.1 试验溶液的制备

7.1.1 总锰试验溶液的制备:称取 1~5g 试样(预计试样中含锰约 0.5~10mg),精确至 0.001g,将试样置入 250mL 烧杯中,加入 20mL 盐酸(4.1),盖上表面皿,在电热板上加热,当加热近干涸时,加入 5mL 硝酸,继续加热近干涸,再加入 10mL 盐酸(4.1),再次蒸发近干涸。放置冷却后,加入 25mL 盐酸溶液(4.3),煮沸 5min,冷却后定量转移入 250mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,干过滤,弃去最初几毫升滤液后,保留滤液,作为测定总锰试液。

7.1.2 水溶性锰试验溶液的制备:称取 1~5g 试样(预计试样中含锰约 1~20mg),精确至 0.001g,置入 500mL 容量瓶中,加水约 350mL,在振荡器上充分振荡 30min,加水至刻度,摇匀,干过滤。弃去最初几毫升滤液后,保留滤液,作为测定水溶性锰的试液。

### 7.2 空白试验溶液

按第 7.1 条试验步骤,除不加试样外,用相同试剂、溶液、用量,分别制备总锰空白试验溶液或者水溶性锰空白试验溶液。

### 7.3 工作曲线的绘制

按表 1 所示,吸取锰标准溶液(4.5)置于 7 个 100mL 容量瓶中,加入 10.0mL 释放剂溶液,用水稀释至刻度,混匀。

注:标准溶液系列的配制可根据样品中锰含量的多少和仪器灵敏度高低适当调整。

表 1

锰标准溶液(4.5)体积,mL	相应锰含量,μg
0	0
1.0	100
2.0	200
4.0	400
6.0	600
8.0	800
10.0	1 000

进行测定前,根据待测元素性质,参照仪器使用说明书,对测定所用光谱带宽、灯电流、燃烧器高度、空气-乙炔流量比进行最佳条件选择。

然后,于波长 279.5nm 处,使用空气-乙炔焰,以零标准溶液为参比,调节原子吸收分光光度计的吸光度为零后,测定各标准溶液的吸光度。每次测定之后,应用水喷雾洗涤燃烧器。

以表 1 中标准溶液的锰含量(μg)为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

### 7.4 测定

吸取 25.0mL 总锰试验溶液(7.1.1)或者水溶性锰试验溶液(7.1.2)于 100mL 容量瓶中,加水稀释至约 50mL,加入 10.0mL 释放剂溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

然后,于波长 279.5nm 处,使用空气-乙炔焰,以零标准溶液为参比,调节原子吸收分光光度计的吸

光度为零后,测定试验溶液的吸光度。每次测定之后,应用水喷雾洗涤燃烧器。  
按照上述步骤,同时进行空白试验。

8 分析结果的表述

锰(Mn)含量  $x_1$ ,以质量百分数(%)表示,按式(1)计算:

$$x_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 10^{-6}}{m \times \frac{25}{V}} \times 100$$

$$= \frac{4(m_1 - m_2) \cdot V \times 10^{-6}}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:  $m_1$ ——根据试验溶液所测吸光度,从工作曲线上查得的锰质量,μg;  
 $m_2$ ——根据空白试验溶液所测吸光度,从工作曲线上查得的锰质量,μg;  
 $m$ ——称取试样的质量,g;  
 $V$ ——试验溶液的总体积,mL。

9 允许差

- 9.1 取平行测定结果的算术平均值为测定结果。
- 9.2 平行测定结果的绝对差值应符合表 2 要求:

表 2

锰 含 量 %( $\frac{m}{m}$ )Mn	绝 对 差 值 %( $\frac{m}{m}$ )Mn
0.010~0.100	≤0.008
>0.100~1.000	≤0.050

第二篇 高碘酸盐分光光度法

10 主题内容与适用范围

本标准规定了测定锰的高碘酸盐分光光度法。  
本标准适用于复混肥料中 0.01%~1%锰(Mn)含量的测定。

11 引用标准

- GB 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB 8571 复混肥料 实验室样品制备

12 原理

试样经水或者酸提取后,在硫酸-磷酸介质中,用高碘酸盐将试验溶液中二价锰氧化成紫红色的高锰酸根离子,在波长 526nm 处测定其吸光度。

13 试剂和材料

分析方法中,除特殊规定外,均使用分析纯试剂和符合 GB 6682 中规定的三级水。

- 13.1 盐酸(GB 622);
- 13.2 硝酸(GB 626);

- 13.3 高碘酸钾(HG 3—1158);
- 13.4 硫酸(GB 625):1+1 溶液;
- 13.5 三酸混合溶液。在 500mL 硝酸中,依次加入 200mL 高氯酸和 100mL 硫酸,混匀;
- 13.6 硫酸-磷酸混合溶液。在约 500mL 水中依次加入 100mL 磷酸和 250mL 硫酸,冷却后用水稀释到 1 000mL;
- 13.7 锰标准溶液:1mL 溶液含有 0.1mgMn。配制方法同 4.5 条。

#### 14 仪器、设备

通常实验室仪器、设备和

- 14.1 分光光度计:带有光程为 2cm 的吸收池;
- 14.2 振荡器:35~40r/min 上下旋转式振荡器,或其他相同效果的水平往复式振荡器。

#### 15 样品的制备

按 GB 8571 制备样品。

#### 16 分析步骤

##### 16.1 试验溶液的制备

16.1.1 总锰试验溶液的制备:称取 1~5g 试样(预计试样中含锰 0.5~10mg),精确至 0.001g,置于 250mL 烧杯中,加 20mL 盐酸,盖上表面皿,在电热板上加热,当加热近干涸时,加入 5mL 硝酸,继续加热近干涸,再加入 10mL 硫酸溶液(13.4),蒸发到开始发生白烟后,再继续加热约 10min。放置冷却片刻后,用少量水洗涤烧杯内壁,再蒸发至产生白烟,继续加热约 10min。冷却后加水约 50mL,煮沸 5min,放置冷却,过滤,并用热水洗涤残渣,滤液收集于 250mL 容量瓶中,待滤液冷却至室温后,用水稀释至刻度,作为测定总锰试液。

16.1.2 水溶性锰试验溶液的制备:称取 1~5g 试样(预计试样中含锰 1~20mg),精确至 0.001g,置于 500mL 容量瓶中,加入约 350mL 水,在振荡器上,充分振荡 30min,用水稀释至刻度,干过滤,弃去最初几毫升滤液。

准确吸取 100.0mL 滤液于 250mL 烧杯中,加入 5mL 硝酸,置于电热板上加热,使烧杯中溶液蒸发到约 25mL,冷却后加入 15mL 三酸混合溶液,加热到产生白烟时,盖上表面皿,再加热约 10min,放置冷却后,加水使溶液体积约 50mL,加热煮沸 5min。冷却后转移溶液到 100mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,干过滤。弃去最初几毫升滤液后,保留滤液,作为测定水溶性锰试验溶液。

##### 16.2 空白试验溶液

按第 16.1 条中规定的试验步骤,除不加试样外,用相同试剂、溶液、用量,分别制备总锰空白试验溶液或者水溶性锰的空白试验溶液。

##### 16.3 工作曲线的绘制

按表 3 所示,吸取锰标准溶液(13.7)置于 7 个 250mL 烧杯中。

表 3

锰标准溶液(13.7)体积,mL	相应锰含量,μg
0	0
1.0	100
2.0	200
4.0	400

续表 3

锰标准溶液(13.7)体积, mL	相应锰含量, $\mu\text{g}$
6.0	600
8.0	800
10.0	1000

于各烧杯中加入 20mL 硫酸-磷酸混合溶液,用水稀释至 80mL,盖上表面皿,置于电热板上加热。接近沸点时,从电热板上取下,加入 0.3g 高碘酸钾,在 95~100℃的水浴中加热 30min,放置冷却后,转移入 100mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。用 2cm 吸收池,在波长 526nm 处,以零标准溶液为参比,将分光光度计的吸光度调整到零后,依次测定标准溶液的吸光度。

以表 3 中标准溶液的锰含量( $\mu\text{g}$ )为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

#### 16.4 测定

移取 25.0mL 总锰试验溶液(16.1.1)或者水溶性锰试验溶液(16.1.2)于 250mL 烧杯中,以下按第 16.3 条规定的操作步骤,从“于各烧杯中加入 20mL 硫酸-磷酸混合溶液,……”开始,直至“测定溶液的吸光度”为止完成测定。

按照上述步骤,同时进行空白试验。

#### 17 分析结果的表述

锰(Mn)含量  $x_2$ ,以质量百分数(%)表示,按式(2)计算:

$$x_2 = \frac{(m_1 - m_2) \times 10^{-6}}{m \times \frac{25}{V}} \times 100$$

$$= \frac{4(m_1 - m_2) \times 10^{-6}}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中:  $m_1$ ——根据试验溶液所测吸光度,从工作曲线上查得的锰质量,  $\mu\text{g}$ ;

$m_2$ ——根据空白试验溶液所测吸光度,从工作曲线上查得的锰质量,  $\mu\text{g}$ ;

$m$ ——称取试样的质量, g;

$V$ ——试验溶液的总体积, mL。

#### 18 允许差

18.1 取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

18.2 平行测定结果的绝对差值应符合表 4 要求:

表 4

锰含量 $\%(\frac{m}{m})\text{Mn}$	绝对差值 $\%(\frac{m}{m})\text{Mn}$
0.010~0.100	$\leq 0.008$
>0.100~1.000	$\leq 0.050$

**附加说明：**

本标准由中华人民共和国化学工业部提出，由化学工业部上海化工研究院归口。

本标准由化学工业部上海化工研究院负责起草。

本标准主要起草人谢瑞铭、李日明、张文伟。

本标准参照采用日本农林省农业技术研究所《肥料分析方法》(1982)。