



# 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3790—2014

---

## 出口电解金属锰粉检验规程

Rules for inspection of electrolytic manganese metal power for export

2014-01-13 发布

2014-08-01 实施

---

中 华 人 民 共 和 国  
国家质量监督检验检疫总局 发 布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国贵州出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：赵明、罗天林、周富强、赵刚军、赵继全、冉菲。

# 出口电解金属锰粉检验规程

## 1 范围

本标准规定了出口电解金属锰粉的技术要求、试验方法、检验、结果及判定等。  
本标准适用于含水量小于 25% 的出口电解金属锰粉的检验。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 1480	金属粉末粒度组成的测定	干筛分法	
GB/T 4010	铁合金化学分析用试样的采集和制备		
GB/T 5686.2	硅锰、锰铁合金、氮化锰铁和金属锰	硅含量的测定	钼蓝光度法
GB/T 5686.5	硅锰、锰铁合金、氮化锰铁和金属锰	碳含量的测定	红外线吸收法
GB/T 5686.7	硅锰、锰铁合金、氮化锰铁和金属锰	硫含量的测定	红外线吸收法
GB/T 8654.1	金属锰、硅锰合金、锰铁和氮化锰铁	铁含量的测定	邻二氮杂菲分光光度法
GB/T 8654.5	金属锰化学分析方法	磷钼蓝光度法测定磷量	
GB/T 8654.6	金属锰化学分析方法	盐酸联氨-碘量法测定硒量	
GB/T 13247	铁合金产品粒度的取样和检验方法		
SN/T 0188.2	进出口商品衡器鉴重规程	衡器鉴重通则	
SN/T 0370.1	出口危险货物包装检验规程	第 1 部分:总则	
SN/T 0370.2	出口危险货物包装检验规程	第 2 部分:性能检验	
SN/T 0370.3	出口危险货物包装检验规程	第 3 部分:使用鉴定	

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**生产批 produce lot**

由同一粒度范围的电解金属锰粉组成的批。

### 3.2

**检验批 inspection lot**

以生产批为基础,可按粒度大小作为一个检验批,简称批。

## 4 技术要求

### 4.1 化学成分

电解金属锰粉化学成分应符合表 1 规定。

表 1 电解金属锰粉化学成分(质量分数) %

Mn	C	S	P	Si	Se	Fe
不小于	不大于					
99.8	0.03	0.04	0.002	0.01	0.08	0.03
注：锰含量由减量法减去表列杂质含量总和得到,即 $w(\text{Mn})=100-[w(\text{C}+\text{S}+\text{P}+\text{Si}+\text{Se}+\text{Fe})]\%$ 。						

4.2 物理状态

- 4.2.1 电解金属锰粉为银灰色,不允许有外来杂物。
- 4.2.2 电解金属锰粉的常规粒度范围及允许偏差应符合表 2 的规定。

表 2 电解金属锰粉常规粒度

粒度范围	偏差/%	
	筛上物	筛下物
45 μm~425 μm	≤1	≤15
注：粒度范围及允许偏差亦可根据供需双方协定。		

5 试验方法

5.1 取样与制样

电解金属锰粉化学分析用试样的取样和制备按 GB/T 4010 规定进行。  
电解金属锰粉粒度试样的取样按 GB/T 13247 规定进行。

5.2 理化检测

5.2.1 粒度的测定

按 GB/T 1480 方法测定。

5.2.2 硅的测定

按 GB/T 5686.2 方法测定或按供需双方协商。

5.2.3 碳的测定

按 GB/T 5686.5 方法测定。

5.2.4 硫的测定

按 GB/T 5686.7 方法测定。

5.2.5 铁的测定

按 GB/T 8654.1 方法测定或按供需双方协商。

### 5.2.6 磷的测定

按 GB/T 8654.5 方法测定或按供需双方协商。

### 5.2.7 硒的测定

$w(\text{Se}) > 0.001\%$  时按 GB/T 8654.6 方法测定或按供需双方协商;  $w(\text{Se}) < 0.001\%$  时参见附录 A 方法或附录 B 方法测定。

## 6 检验

### 6.1 质量检验

检验质量所需的衡器是经计量部门计量合格的,并在有效期内。称量工作前,用砝码校验衡器。合同、信用证规定了单件质量的,应进行单件检验。抽样数量和检验方法参照 SN/T 0188.2 规定进行。

### 6.2 包装检验

6.2.1 适用于电解金属锰粉的包装性能应符合 SN/T 0370.2 的有关要求,并按照 SN/T 0370.3 的要求进行使用鉴定。

6.2.2 检查包装桶上的标志是否清晰、完整、正确,品名、规格等标识是否与内容物相符,是否符合 SN/T 0370.1 的要求。

### 6.3 品质检验

品质检验按 5.1、5.2 执行。

## 7 结果及判定

7.1 检验结果依据有关要求(如合同、信用证等规定)进行判断,符合要求的判为合格,否则为不合格。

7.2 包装检验不合格时,则判定该批货物不合格,应更换包装,重新检验。

7.3 品质检验初验不合格时可进行重验,重验应扩大比例进行,以重验结果作为最终检验结果。

## 附录 A (资料性附录)

### 高碘酸钾催化极谱法测定痕量硒

#### A.1 范围

本附录规定了高碘酸钾催化极谱法测定痕量硒的原理、试剂、分析步骤、结果计算、允许差。

本附录适用于电解金属锰中痕量硒的测定。测定范围(质量分数)为 0.000 05%~0.001 5%。

#### A.2 原理

试样经硝酸、盐酸、高氯酸分解,并在酸性溶液中将  $\text{SeO}_3^{2-}$  转化为  $\text{SeSO}_3^{2-}$ ,用柠檬酸和 EDTA 消除 Hg、Sb 和 Sn 等元素的干扰,在  $\text{IO}_4^-$  存在的氨性底液中直接用催化极谱法测定硒。

#### A.3 试剂

除非另有说明,在分析中应使用确定为优级纯的试剂和蒸馏水或纯度相当的水。

A.3.1 硝酸( $\rho=1.42\text{ g/mL}$ )。

A.3.2 盐酸( $\rho=1.19\text{ g/mL}$ )。

A.3.3 高氯酸( $\rho=1.67\text{ g/mL}$ )。

A.3.4 亚硫酸钠溶液(150 g/L)。

A.3.5 高碘酸钾溶液(2.5 g/L)。

A.3.6 混合溶液:2 g 柠檬酸、3 g EDTA、15 g~20 g 氯化铵和 60 mL 氨水( $\rho=0.09\text{ g/mL}$ )于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

A.3.7 硒标准溶液 A:称取 0.100 0 g 纯硒(99.99%)于 50 mL 烧杯中,在水浴上加热,加入 20 mL 硝酸(A.3.1),溶解完全后,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度、混匀。此溶液 1 mL 含 100  $\mu\text{g}$  硒。

A.3.8 硒标准溶液 B:移取上述溶液(A.3.7)10 mL 入 1 000 mL 容量瓶中,加入 10 mL 硝酸(A.3.1),以水稀释至刻度、混匀。此溶液 1 mL 含 1  $\mu\text{g}$  硒。再同样稀释操作,此溶液 1 mL 含 0.01  $\mu\text{g}$  硒。

#### A.4 分析步骤

##### A.4.1 测定

称取 0.100 0 g 试样于 25 mL 烧杯中,加入 1 mL 高氯酸(A.3.3)、6 mL~7 mL 硝酸(A.3.1)和 1 mL 盐酸(A.3.2),盖上表面皿、加热分解并蒸发冒烟,直至体积约为 0.5 mL 时取下,稍冷后用约 10 mL 水洗入 25 mL 比色管中,加入 2 mL 亚硫酸钠溶液(A.3.4)摇匀,加盖放置 30 min,加 5 mL 混合溶液(A.3.6)和 2 mL 高碘酸钾溶液(A.3.5),以水稀释至刻度,混匀。放置 30 min 后于起始电位 0.6 V 扫描作示波极谱图,从工作曲线上查得硒量。

##### A.4.2 工作曲线的绘制

分别移取含 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、16.00 mL 硒标准溶液(A.3.8)于



一组 25 mL 比色管中,加 0.5 mL 高氯酸(A.3.3),用水稀释到约为 10 mL,摇匀,加 2 mL 亚硫酸钠溶液(A.3.4),摇匀,以下按 A.4.1 进行极谱测定。

以硒量为横坐标,导数极谱值为纵坐标绘制工作曲线。

A.5 结果计算

按式(A.1)计算试样中的硒含量  $w(\text{Se})$ (质量分数),以%表示:

$$w(\text{Se})(\%) = m_1/m_2 \times 100 \dots\dots\dots(\text{A.1})$$

式中:

$m_1$ ——从工作曲线上查得的硒量,单位为克(g);

$m_2$ ——试样量,单位为克(g)。

A.6 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 A.1 所列允许差。

表 A.1 允许差 %

硒含量(质量分数)	允许差(质量分数)
0.000 05~0.000 20	0.000 02
>0.000 20~0.000 50	0.000 05
>0.000 50~0.001 0	0.000 1
>0.001 0~0.001 5	0.000 3

A.7 试验报告

实验报告应包括下列内容:

- a) 鉴别试验、实验室和分析日期等资料;
- b) 遵守本方法规定的程度;
- c) 分析结果及其表示;
- d) 测定中观察到的异常现象;
- e) 对分析结果可能有影响而本标准未包括的操作,或者任选的操作。

注:上述方法等同采用 YB/T 051—2003《高碘酸钾催化极谱法测定痕量硒》。

## 附录 B

### (资料性附录)

#### 低硒电解金属锰中硒含量的测定

##### 氢化物发生-原子荧光光谱法

### B.1 范围

本附录规定了氢化物发生-原子荧光光谱法低硒电解锰中硒含量测定的实验原理,仪器,试剂,试样及分析步骤等。

本标准适用于低硒电解金属锰中硒含量的测定,测定范围(质量分数):0.000 01%~0.02%。

### B.2 原理

硒的化合物在 HCl-HNO<sub>3</sub> 的酸性介质中被硼氢化钾还原生成 H<sub>2</sub>Se,由载气载入原子化器中生成原子态硒,在硒空心阴极灯的照射下,基态硒原子被激发至高能态,在去活化回到基态时,发射出特征波长的荧光,其荧光强度与硒含量成正比,与标准系列比较定量。

### B.3 试剂

除另有说明,在分析中应使用确定为优级纯的试剂和超纯水。

**B.3.1** 硼氢化钾溶液 1.0%(m/V):按比例称取氢氧化钾放入水中,配制成 2 g/L 氢氧化钾溶液,待完全溶解后加入称好的硼氢化钾,溶解后摇匀,用时现配。

**B.3.2** 高氯酸( $\rho=1.67$  g/mL)。

**B.3.3** 硝酸( $\rho=1.42$  g/mL)。

**B.3.4** 盐酸( $\rho=1.19$  g/mL)。

**B.3.5** 硒标准贮备液(1 000  $\mu$ g/mL):国家标准溶液。

**B.3.6** 硒标准应用液(1.0  $\mu$ g/mL):用硒标准贮备液(B.3.5)逐一稀释配制。

### B.4 仪器

#### B.4.1 原子荧光光谱仪

#### B.4.2 仪器推荐条件

光电倍增管(PMT)电压:260 V;主阴极电流:30 mA;氩气载气流量:700 mL/min;原子化器炉温:室温;采样泵速:100 r/min;分析信号:峰面积;测量方式:标准曲线法;采样时间:8.0 s;读数时间:20 s;读数延时:2.0 s。

### B.5 分析步骤

#### B.5.1 试液制备

准确称取 1.000 0 g 试样,加入约 20 mL 蒸馏水混匀,缓慢加入 10 mL HNO<sub>3</sub>,待样品溶解后加入



2 mL HCl(B.3.4), 2 mL HClO<sub>4</sub>(B.3.2), 于低温电热板上低温加热至溶液体积约 10 mL 时取下, 放冷。

### B.5.2 工作曲线绘制

取 50 mL 容量瓶 7 只, 然后依次准确加入 1.0 μg/mL 硒标准应用液(B.3.6) 0 mL、1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL、8.0 mL、10.0 mL (各相当于硒浓度 0 μg/L、20.0 μg/L、40.0 μg/L、80.0 μg/L、120.0 μg/L、160.0 μg/L、200.0 μg/L), 用 10% HNO<sub>3</sub> + 5% HCl 稀释定容至刻度混匀后待测。

### B.5.3 试样测定

将处理好的试样转入 50 mL 容量瓶中, 用 10% HNO<sub>3</sub> + 5% HCl 稀释定容至刻度混匀后按仪器推荐条件在原子荧光光谱仪上测定。

### B.6 分析结果计算

按式(B.1)计算试样中的硒含量  $w(\text{Se})$  (质量分数), 以 % 表示:

$$w(\text{Se}) = \frac{(c - c_0) \times V}{m \times 10^9} \times 100 \quad \dots\dots\dots (\text{B.1})$$

式中:

$c$  —— 试液中硒测定值, 单位为微克每升(μg/L);

$c_0$  —— 试剂空白液测定值, 单位为微克每升(μg/L);

$V$  —— 试液定容后的体积, 单位为毫升(mL);

$m$  —— 试样称量, 单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。