



中华人民共和国国家标准

GB/T 14353.5—2010
代替 GB/T 14353.5—1993

铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法 第 5 部分：镍量测定

Methods for chemical analysis of copper ores, lead ores and zinc ores—
Part 5: Determination of nickel 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



中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法
第 5 部分：镍量测定

GB/T 14353.5—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 0.5 字数 9 千字
2010 年 12 月第一版 2010 年 12 月第一次印刷

*

书号：155066·1-41011

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

前 言

GB/T 14353《铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法》分为 18 个部分：

- 第 1 部分：铜量测定；
- 第 2 部分：铅量测定；
- 第 3 部分：锌量测定；
- 第 4 部分：镉量测定；
- 第 5 部分：镍量测定；
- 第 6 部分：钴量测定；
- 第 7 部分：砷量测定；
- 第 8 部分：铋量测定；
- 第 9 部分：钼量测定；
- 第 10 部分：钨量测定；
- 第 11 部分：银量测定；
- 第 12 部分：硫量测定；
- 第 13 部分：镓量、铟量和铊量测定；
- 第 14 部分：锗量测定；
- 第 15 部分：硒量测定；
- 第 16 部分：碲量测定；
- 第 17 部分：铈量测定；
- 第 18 部分：铜量、铅量、锌量、钴量和镍量测定。

本部分为 GB/T 14353 的第 5 部分。

本部分代替 GB/T 14353.5—1993《铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法 镍的测定》。

本部分与 GB/T 14353.5—1993 相比，主要变化如下：

- 增加了警示、警告内容；
- 修改了试样干燥温度；
- 删除了丁二肟-磺基水杨酸-氢氧化铵-氯化铵底液极谱法。

本部分附录 A 为资料性附录。

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：陕西省地质矿产实验研究所。

本部分主要起草人：牟乃仓，李小寒，熊英。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 14353.5—1993。

铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法

第5部分：镍量测定

警示：使用本部分的人员应经过相关专业的技术培训，具有一定的工作经验。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 14353 的本部分规定了铜矿石、铅矿石和锌矿石中镍量的测定方法。

本部分适用于铜矿石、铅矿石和锌矿石中镍量的测定。

测定范围：0.002%~1%的镍。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 14353 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 14505 岩石和矿石化学分析方法 总则及一般规定

3 原理

试料经氢氟酸、王水、高氯酸分解，用盐酸、硼酸溶液溶解盐类（或用过氧化钠、氢氧化钠熔矿，水提取、过滤、沉淀用盐酸溶解），在 5% 的盐酸介质中，使用空气-乙炔火焰，于波长 232.0 nm 处，用原子吸收分光光度计测定吸光度，计算镍量。

4 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。

4.1 过氧化钠。

4.2 氢氧化钠。

4.3 氢氟酸(ρ 1.13 g/mL)，警告：氢氟酸有毒，具有强腐蚀性，操作时应戴手套，防止与皮肤接触！

4.4 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)，警告：该试剂为易爆物品，小心操作！

4.5 无水乙醇。

4.6 王水($\text{HCl} + \text{HNO}_3 = 3 + 1$)新鲜配制。

4.7 盐酸(1+1)。

4.8 硼酸溶液(60 g/L)。

4.9 氢氧化钠(20 g/L)。

4.10 镍标准溶液配制：

- a) 镍标准储备溶液[$\rho(\text{Ni}) = 100.0 \mu\text{g/mL}$]：称取 0.100 0 g 金属镍[$w(\text{Ni}) = 99.99\%$]，置于 100 mL 烧杯中，盖上表面皿，沿杯壁加入 20 mL 硝酸溶液(1+1)，加热溶解，低温蒸干，用少量水冲洗表面皿，加入 5 mL 盐酸(ρ 1.19 g/mL)，低温蒸干，重复一次。再加入 10 mL 盐酸(ρ 1.19 g/mL)溶解镍盐，冷却，用水移入 1 000 mL 容量瓶中，并稀释至刻度，摇匀；

b) 镍标准溶液[$\rho(\text{Ni})=10.0\text{ }\mu\text{g/mL}$]:移取 50.00 mL 镍标准储备溶液[4.10a)],置于 500 mL 容量瓶中,用盐酸溶液(1+99)稀释至刻度,摇匀。

5 仪器

- 5.1 原子吸收分光光度计(带塞曼效应或连续光谱灯背景校正器),配镍元素空心阴极灯。
5.2 分析天平:三级,感量 0.1 mg。

6 试样

- 6.1 按照 GB/T 14505 的相关要求,加工试样的粒径应小于 97 μm 。
6.2 试样在 60 $^{\circ}\text{C}$ ~80 $^{\circ}\text{C}$ 烘箱中干燥 2 h~4 h,并置于干燥器中冷却至室温备用。

7 分析步骤

7.1 试料

根据试样中镍量,按表 1 称取试料量,精确至 0.1 mg。

表 1 试料量

镍量/ %	试料量/ g	分取试液体积/ mL
0.001~0.025	1.0	—
0.025~0.05	0.5	—
0.05~0.125	0.2	—
0.125~0.25	0.1	—
0.25~0.5	0.1	25.00
0.5~1	0.1	10.00

7.2 空白试验

随同试料进行双份空白试验,所用试剂应取自同一试剂瓶,加入同等的量。

7.3 验证试验

随同试料分析同矿种、含量接近的标准物质。

7.4 试料的分解

7.4.1 一般试料分解

将试料(7.1)置于聚四氟乙烯坩埚中,加入 10 mL 氢氟酸(4.3),加盖,放置过夜,移去盖子,加入 10 mL 王水(4.6),0.5 mL 高氯酸(4.4),加盖,在低温电热板上微沸 30 min,冲洗盖子,继续在电热板上加热至高氯酸白烟冒尽,取下冷却,加入 5 mL 盐酸(4.7),5 mL 硼酸溶液(4.8),温热溶解盐类,取下,冷却至室温后,用水移入 50 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,摇匀,澄清。

7.4.2 难溶试料分解

将试料(7.1)置于刚玉坩埚中,加入 4 g~6 g 过氧化钠(4.1),用玻棒搅匀,上面再盖适量(约 1 g)氢氧化钠(4.2),置于 550 $^{\circ}\text{C}$ 高温炉中熔融 20 min,取出冷却,将坩埚放入 200 mL 烧杯中,加入 100 mL 温水,盖上表面皿,待激烈反应停止后,用水洗出坩埚,加入无水乙醇(4.5)数滴,煮 3 min~5 min,取下,过滤。沉淀和烧杯用热的氢氧化钠溶液(4.9)洗 10 次~15 次,将沉淀用热的盐酸(4.7)溶解于原烧杯中,将溶液在电热板上蒸干,加入 5 mL 盐酸(4.7),适量水溶解盐类,用水移入 50 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,摇匀。

7.5 定容

当镍量大于 0.25% 时,按照表 1 分取试液(7.4.1 或 7.4.2),置于 50 mL 容量瓶中,补加盐酸

(4.7)、硼酸溶液(4.8)分别至 5 mL,用水稀释至刻度,摇匀。

7.6 校准溶液系列配制

分取 0.00 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL、25.00 mL 镍标准溶液[4.10b)],分别置于一组 50 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸(4.7)、5 mL 硼酸溶液(4.8)(若用碱熔,可不加硼酸溶液),用水稀释至刻度,摇匀。

7.7 测定

警告:应按照原子吸收分光光度计的使用规定点燃或熄灭空气-乙炔火焰,以避免可能引起的爆炸危险。

用原子吸收分光光度计,参照仪器工作条件,调整仪器参数至最佳状态。分别测量校准系列溶液和试料溶液的吸光度值,同时进行空白试验溶液和验证试验溶液的测定(参见附录 A)。

7.8 校准曲线绘制

以镍量为横坐标,吸光度值为纵坐标,绘制校准曲线,从校准工作曲线上得到相应的镍量。

8 结果计算

镍量以质量分数 $w(\text{Ni})$ 计,数值用%表示,按下式计算:

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

式中:

- m_1 ——从校准曲线得到分取试料溶液的镍量,单位为微克(μg);
- m_0 ——从校准曲线上得到空白试验溶液的镍量,单位为微克(μg);
- V ——试料溶液的总体积,单位为毫升(mL);
- m ——试料量,单位为克(g);
- V_1 ——分取试料溶液的体积,单位为毫升(mL)。

计算结果表示为:0.00X、0.XX、X.XX。

9 精密度

方法精密度见表 2。

表 2 方法精密度 单位为微克每克

元 素	水平范围 m	重复性限 r	再现性限 R
Ni	2.8~375	$r=1.173\ 1+0.093\ 9m$	$R=3.471\ 0+0.159\ 4m$
注:方法精密度由 4 个实验室对 4 个水平的试样进行试验确定。			



附 录 A
(资料性附录)
仪器参考工作条件及有关说明

A.1 原子吸收分光光度计的参考工作条件

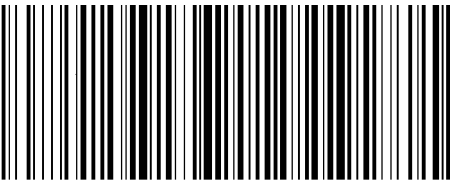
见表 A.1。

表 A.1 原子吸收分光光度计的参考工作条件

波长/ nm	灯电流/ mA	单色器通带/ nm	燃烧器高度/ mm	空气压力/ MPa	乙炔压力/ MPa
232.0	10	0.2	10.0	0.16	0.03

A.2 本部分有关说明

在本实验条件下,分别共存下列含量的元素(离子),不影响镍的测定:Ca、Mg、Fe、Zn 各(5 000 μg/g); Mn(4 000 μg/g);K、Al、Pb、Cr 各(2 000 μg/g);Na、Ba、Mo、W、Cu 各(1 000 μg/g);Li、Sr、B、Si、Sn、 Ti、V、Co、Cd 各(500 μg/g);Bi(400 μg/g);As、Hg 各(200 μg/g);Au、Ag 各(100 μg/g);Be、Ga、In、Tl 各(50 μg/g);Rb、Cs 各(30 μg/g);Pt(20 μg/g)。



GB/T 14353. 5-2010

版权专有 侵权必究
*

书号:155066 • 1-41011