ICS 73.060
D 42

中华人民共和国国家标准

GB/T 8151.14—2000

锌精矿化学分析方法　镍量的测定

Methods for chemical analysis of zinc concentrates
—Determination of nickel content

2000-02-16 发布　　2000-08-01 实施

国家质量技术监督局　发布

前　言

本标准系首次制定。

本标准遵守：

GB/T 1.1—1993　标准化工作导则　第1单元：标准的起草与表述规则　第1部分：标准编写的基本规定

GB/T 1.4—1988　标准化工作导则　化学分析方法标准编写规定

GB/T 1467—1978　冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB/T 7728—1987　冶金产品化学分析　火焰原子吸收光谱法通则

GB/T 17433—1998　冶金产品化学分析基础术语

本标准由国家有色金属工业局提出。

本标准的附录A为提示的附录。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所归口。

本标准由葫芦岛锌厂负责起草。

本标准由韶关冶炼厂起草。

本标准主要起草人：刘　彻、廖述纯。

中华人民共和国国家标准

锌精矿化学分析方法 镍量的测定

GB/T 8151.14—2000

Methods for chemical analysis of zinc concentrates
—Determination of nickel content

1 范围

本标准规定了锌精矿中镍含量的测定方法。

本标准适用于锌精矿中镍含量的测定。测定范围：0.003 0%～0.050%。

2 方法提要

试料用盐酸、硝酸、硫酸溶解，在 pH9 的柠檬酸铵溶液中，用三氯甲烷萃取镍与丁二酮肟生成的络合物而与锌、铁等元素分离。在盐酸介质中，于原子吸收光谱仪波长 232.0 nm 处，用空气-乙炔火焰，测量镍的吸光度。

3 试剂

3.1 三氯甲烷。

3.2 盐酸(ρ1.19 g/mL)。

3.3 硝酸(ρ1.42 g/mL)。

3.4 硫酸(ρ1.84 g/mL)。

3.5 氨水(ρ0.90 g/mL)。

3.6 盐酸(1+1)。

3.7 盐酸(1+20)。

3.8 硝酸(1+1)。

3.9 氨水(1+1)。

3.10 柠檬酸铵溶液(250 g/L)。

3.11 酚酞乙醇溶液(5 g/L)。

3.12 丁二酮肟乙醇溶液(10 g/L)。

3.13 镍标准贮存溶液：称取 0.500 0 g 金属镍(≥99.9%)，置于 250 mL 烧杯中，加入 10 mL 硝酸(3.8)，加热溶解完全，冷却，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 500 μg镍。

3.14 镍标准溶液：移取 10.00 mL 镍标准贮存溶液(3.13)于 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 盐酸(3.6)，用水稀释到刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 50 μg 镍。

4 仪器

原子吸收光谱仪，附镍空心阴极灯。

国家质量技术监督局 2000-02-16 批准　　2000-08-01 实施

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标的原子吸收光谱仪均可使用：

灵敏度：在与试料溶液基体相一致的溶液中，镍的特征浓度应不大于 0.05 μg/mL。

精密度：用最高浓度的标准溶液测量 11 次吸光度，其标准偏差不超过平均吸光度的 1.50%；用最低浓度的标准溶液（不是“零”标准溶液）测量 11 次吸光度，其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.50%。

工作曲线线性：将工作曲线按浓度等分为五段，最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比，应不小于 0.7。

仪器工作条件见附录 A（提示的附录）。

5 试样

5.1 样品应通过 0.100 mm 孔筛。

5.2 样品预先在 105℃±5℃烘 1 h，置于干燥器中冷至室温。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试料，精确至 0.000 1 g。

表 1

镍 含 量 %	试 料 量 g	试液总体积 mL
0.003～0.010	0.50	25
>0.010～0.050	0.50	50

独立地进行二次测定，取其平均值。

6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 150 mL 烧杯中，以少许水润湿摇散，加入 10 mL 盐酸(3.2)，盖上表皿，低温溶解 5 min，加入 5 mL 硝酸，加热溶解并蒸至 2～3 mL，加入 5 mL 硫酸，加热冒烟至近干，加入 2 mL 盐酸(3.6)，吹少许水洗表皿及杯壁，加热溶解盐类，取下，冷却。将溶液移入 250 mL 分液漏斗中，加水至 30 mL 左右。

6.3.2 加入 10 mL 柠檬酸铵溶液、2 滴酚酞乙醇溶液，用氨水中和至出现微红色并过量 4 滴（pH9 左右），加入 5 mL 丁二酮肟乙醇溶液，混匀，放置 5 min。

6.3.3 加入 10 mL 三氯甲烷，振荡 2 min，静置分层，将有机相移入另一个 60 mL 分液漏斗中，水相再加入 10 mL 三氯甲烷，振荡 2 min，静置分层，合并有机相，弃去水相。

6.3.4 向有机相中加入 15 mL 盐酸(3.7)反萃取，振荡 1 min，静置分层，弃去有机相，水相按表 1 移入相应容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，干过滤。

6.3.5 使用空气-乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长 232.0 nm 处，以水调零，测量干过滤试液的吸光度，减去随同试料的空白溶液的吸光度，从工作曲线上查得相应的镍浓度。

6.4 工作曲线绘制

6.4.1 移取 0、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 mL 镍标准溶液分别于至一组 250 mL 分液漏斗中，加水至 30 mL 左右。以下按 6.3.2～6.3.4 条进行。

6.4.2 在与试料溶液测定相同的条件下，测量标准溶液的吸光度，减去“零”浓度溶液的吸光度，以镍浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

7 分析结果的表述

按式(1)计算镍的百分含量：

$$\mathrm{Ni}(\%)=\frac{c\cdot V_0\times 10^{-6}}{m_0}\times 100 \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：c——自工作曲线上查得的镍浓度，μg/mL；

V_0——试液总体积，mL；

m_0——试料的质量，g。

所得结果表示至三位小数；若镍含量小于0.010%时，表示至四位小数。

8 允许差

实验室间的分析结果的差值应不大于表2所列允许差。

表2 %

镍 含 量	允 许 差
0.003 0～0.005 0	0.001 0
>0.005 0～0.010	0.002 0
>0.010～0.020	0.003
>0.020～0.050	0.005

附 录 A
（提示的附录）
仪器工作条件

使用 WFX-1C 型原子吸收光谱仪测定镍量的工作条件如表 A1。

表 A1

波 长 nm	灯 电 流 mA	单色器通带 nm	燃烧器高度 mm	空气流量 L/min	乙炔流量 L/min
232.0	2.5	0.2	3	8	1.0