



中华人民共和国国家标准

GB/T 14506.21—2010
代替 GB/T 14506.21—1993

硅酸盐岩石化学分析方法 第 21 部分：镍和钴量测定

Methods for chemical analysis of silicate rocks—
Part 21: Determination of nickel and cobalt 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

硅酸盐岩石化学分析方法
第 21 部分：镍和钴量测定

GB/T 14506.21—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 11 千字
2010 年 12 月第一版 2010 年 12 月第一次印刷

*

书号：155066·1-40965

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 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：钼量测定；
- 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 21 部分。

本部分代替 GB/T 14506.21—1993《硅酸盐岩石化学分析方法 氢氧化氨-氯化铵-磺基水杨酸-丁二肟底液极谱法同时测定镍量和钴量》。

本部分与 GB/T 14506.21—1993 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。

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：国家地质实验测试中心、浙江省地质矿产研究所。

本部分主要起草人：胡勇平、郑存江、孙朝阳、王苏明。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 14506.21—1993。



硅酸盐岩石化学分析方法

第 21 部分:镍和钴量测定

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镍和钴量的测定方法。

本部分适用于硅酸盐岩石中镍和钴量的测定,也适用于土壤和水系沉积物中镍和钴量的测定。

测定范围:5 $\mu\text{g/g}$ ~200 $\mu\text{g/g}$ 的镍和钴量。

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 原理

在 pH8~pH9 的氨水-氯化铵缓冲溶液中,以磺基水杨酸络合铁、铝、钛等元素,避免了大量氢氧化物对微量镍和钴的吸附,加入少量丁二肟后,在示波极谱仪上,起始电位为-0.86 V,镍和钴的峰电位分别约为-1.03 V 和-1.18 V(对饱和甘汞电极),镍和钴产生灵敏的吸附催化电流,峰高与镍和钴的浓度呈线性关系,计算镍和钴量。

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 氢氧化钠溶液(10 g/L)。

4.4 盐酸(ρ 1.19 g/mL),优级纯。

4.5 盐酸(1+1)。

4.6 盐酸(1+99)。

4.7 硝酸(ρ 1.42 g/mL),优级纯。

4.8 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。

4.9 高氯酸(ρ 1.67 g/mL),优级纯。警告——易爆品,小心操作!

4.10 无水乙醇。

4.11 磺基水杨酸溶液: $c[\text{HOC}_6\text{H}_3(\text{COOH})\text{SO}_3\text{H} \cdot 2\text{H}_2\text{O}] = 2 \text{ mol/L}$;称取 102 g 磺基水杨酸,置于 250 mL 烧杯中,加水溶解,稀释至 200 mL,搅匀。

4.12 氨水(55+45)。

4.13 氯化铵溶液: $c(\text{NH}_4\text{Cl})=5\text{ mol/L}$:称取 53.5 g 氯化铵,置于 250 mL 烧杯中,加水溶解,升至室温后,稀释至 200 mL,搅匀。

4.14 丁二肟溶液(1%):无水乙醇溶液。

4.15 三氧化二铁溶液:称取 1.430 0 g 光谱纯三氧化二铁,置于 150 mL 烧杯中,加入 5 mL 盐酸(4.4)。加热溶解后,用水移入 100 mL 容量瓶中并稀释至刻度,摇匀,此溶液 1 mL 含 10.00 mg 铁。

4.16 镍标准溶液的配制:

a) 镍标准溶液(100.0 $\mu\text{g/mL}$):

称取 0.100 0 g 高纯金属镍,置于 150 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(1+1),盖上表面皿,加热溶解后,用水吹洗表面皿后移去,蒸干,用盐酸(4.4)蒸干赶硝酸两次,每次 5 mL。加入 10 mL 盐酸(4.4)溶解盐类,用水移入 1 000 mL 容量瓶中并稀释至刻度,摇匀,此溶液 1 mL 含 100.0 μg 镍;

b) 镍标准溶液(10.0 $\mu\text{g/mL}$):

分取 50.0 mL 镍标准溶液[4.16a)],置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液 1 mL 含 10.0 μg 镍。

4.17 钴标准溶液的配制:

a) 钴标准溶液(100.0 $\mu\text{g/mL}$):

称取 0.100 0 g 高纯金属钴,置于 150 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(4.4),盖上表面皿,加热溶解后,用水吹洗表面皿后移去,移入 1 000 mL 容量瓶中并稀释至刻度,摇匀,此溶液 1 mL 含 100.0 μg 钴;

b) 钴标准溶液(10.0 $\mu\text{g/mL}$):

分取 50.0 mL 钴标准溶液[4.17a)],置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液 1 mL 含 10.0 μg 钴。

4.18 镍、钴混合标准溶液

分取 50.0 mL 镍标准溶液[4.16b)]和 50.0 mL 钴标准溶液[4.17b)],置于同一 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液 1 mL 含 1.0 μg 镍和 1.0 μg 钴。

5 仪器

5.1 天平:三级,感量 0.1 mg。

5.2 示波极谱仪。

参比电极:饱和甘汞电极。

6 试样

6.1 试样粒径应小于 74 μm 。

6.2 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。

6.3 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。

7 分析步骤

7.1 测定数量

同一试样,一般应进行双份测定,或按一定比例进行双份测定。

7.2 试料量

7.2.1 酸溶时,称取 0.1 g 试料,精确至 0.1 mg。

注:镍钴含量大于 100 $\mu\text{g/g}$ 时,称取 0.05 g 试料。

7.2.2 碱熔时,称取 0.5 g 试料,精确至 0.1 mg。

7.3 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。

7.4 验证试验

随同试料分析同类型的标准物质。

7.5 测定

7.5.1 试料的分解

7.5.1.1 酸溶:将试料(7.2.1)置于 50 mL 聚四氟乙烯烧杯中,以少量水润湿,加入 10 mL 盐酸(4.4),盖上表面皿,置于电热板上,加热片刻,加入 3 mL 硝酸(4.7),继续加热,约半小时后,用水吹洗表面皿后移去,蒸发溶液至 1 mL 左右,加入 5 mL 氢氟酸(4.8)及 0.5 mL 高氯酸(4.9),低温加热至试料分解完全,蒸发至冒白烟,稍冷,用水吹洗杯壁,再蒸发至白烟冒尽,稍冷。

7.5.1.2 碱熔:将试料(7.2.2)置于石墨或优质高铝坩埚中,加入 3 g 过氧化钠(4.1),搅匀,再覆盖约 1 g 过氧化钠(4.1),或加 3 g 氢氧化钠(4.2)和 1 g 过氧化钠(4.1),加盖,放入高温炉中,从低温升至 700 °C,保持 10 min,取出,稍冷却;置于 200 mL 烧杯中,加入 70 mL 沸水及 0.5 mL 无水乙醇(4.10),盖上表面皿,立即置于小电炉上煮沸后移至高温电热板上,保持沸腾状态约 10 min 以赶尽过氧化氢(注意:防止飞溅),取下,用水吹洗表面皿和杯壁,并加水至体积约为 70 mL,冷却后,用中速滤纸过滤,用氢氧化钠溶液(4.3)洗涤烧杯和沉淀,此时坩埚不必取出,滤液弃去。在原烧杯内加入 10 mL 盐酸(4.5),在小电炉上加热至近沸,搅动坩埚及盖,使附着的沉淀溶解,趁热倾入漏斗中溶解沉淀,用 50 mL 容量瓶承接,用热盐酸(4.6)洗净坩埚和盖、烧杯和滤纸,最后用热水洗数次,冷却后,用水稀释至刻度,摇匀。分取 5.0 mL 或 10.0 mL 溶液,置于 50 mL 烧杯中,蒸干,低温脱水半小时,稍冷。

7.5.2 定容

趁烧杯尚保持余热时,加入 1 mL 盐酸(4.5)到烧杯(7.5.1.1 或 7.5.1.2)中,至溶解盐类,必要时加入少许水盖上表面皿加热助溶,加入 2.5 mL 磺基水杨酸溶液(4.11),搅匀,用水移入 25 mL 容量瓶中,加入 3 mL 氨水(4.12),摇匀,冷却加入 5 mL 氯化铵溶液(4.13)及 0.5 mL 丁二肟溶液(4.14),用水稀释至刻度,摇匀。放置半小时。

注:准确加入底液中的各组分。浓度不同程度影响溶液的 pH 及镍、铬的峰高和峰电位。

7.5.3 校准溶液系列的配制

取 0 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 镍和钴的混合标准溶液(4.18),置于一系列 25 mL 容量瓶中,加入 0.5 mL 铁溶液(4.15)。以下步骤按(7.5.2)分析步骤进行。

7.6 极谱测定

将试料溶液的部分溶液倾入电解池中,在示波极谱仪上,起始电位为 -0.86 V,用导数部分进行测定,同时进行校准溶液系列的极谱测定。

注 1:试料中镍和钴之比相差较大,同一溶液中的镍或钴之一与工作曲线上镍或钴量不相适应时,在测定某一元素后,将试料溶液和试料空白溶液按比例稀释后,测定另一元素。

注 2:镍与钴量之比为 1:12 和 50:1 时,相互不干扰。

7.7 校准曲线绘制

分别以校准溶液系列的镍和钴量为横坐标,与其对应的峰高为纵坐标,绘制镍和钴的校准曲线。从校准曲线上查得相应的镍和钴量。

8 结果计算

计算结果以质量分数 $w(\text{Ni 或 Co})$ 计,数值以 $\mu\text{g/g}$ 表示,按式(1)或式(2)计算镍和钴量。

GB/T 14506.21—2010

8.1 酸溶分解试料

$$w(\text{Ni 或 Co}) = \frac{m_1 - m_0}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——从校准曲线上查得试料溶液的镍或钴量,单位为微克(μg);

m_0 ——从校准曲线上查得试料空白溶液的镍或钴量,单位为微克(μg);

m ——试料量,单位为克(g)。

8.2 碱熔分解试料

$$w(\text{Ni 或 Co}) = \frac{(m_1 - m_0)V}{mV_1} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_1 ——从校准曲线上查得试料溶液的镍或钴量,单位为微克(μg);

m_0 ——从校准曲线上查得试料空白溶液的镍或钴量,单位为微克(μg);

V ——试料溶液总体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——分取试料溶液体积,单位为毫升(mL);

m ——试料量,单位为克(g)。

8.3 分析结果以 $x.x \mu\text{g/g}$ 、 $xx.x \mu\text{g/g}$ 、 $xxx \mu\text{g/g}$ 表示。

9 精密度

硅酸盐岩石中镍或钴量测定结果的精密度见表1。

表1 精密度

单位为微克每克

成 分	水平范围 m	重复性限 r	再现性限 R
Ni	5.0~134	$r=0.320+0.133m$	$R=1.512\ 2+0.211m$
Co	5.0~92.0	$r=0.439+0.090\ 1m$	$R=0.427\ 5+0.252m$

注:本精密度数据是由7个实验室对10个水平的试料进行实验确定的。

