



中华人民共和国国家标准

GB/T 14506.27—2010
代替 GB/T 14506.27—1993

硅酸盐岩石化学分析方法 第 27 部分：镍量测定

Methods for chemical analysis of silicate rocks—
Part 27: 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
硅酸盐岩石化学分析方法
第 27 部分：镍量测定
GB/T 14506.27—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 10 千字
2010 年 12 月第一版 2010 年 12 月第一次印刷

*

书号：155066·1-40971

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：钡量测定；
- 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 27 部分。

本部分代替 GB/T 14506.27—1993《硅酸盐岩石化学分析方法 α 吡喃二肟光度法测定镍量》。

本部分与 GB/T 14506.27—1993 相比主要变化如下：

- 增加了规范性引用文件、警示、警告内容；
- 将称取试料量和分取溶液改为列表表示。

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。



GB/T 14506.27—2010

本部分起草单位：国家地质实验测试中心。

本部分主要起草人：王苏明、颜茂弘。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 14506.27—1993。



硅酸盐岩石化学分析方法

第 27 部分：镍量测定

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量的测定方法。

本部分适用于硅酸盐岩石中镍量的测定，也适用于土壤和水系沉积物中化合水量的测定。

测定范围：10 $\mu\text{g/g}$ ~2 000 $\mu\text{g/g}$ 的镍量。

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

试料用盐酸、硝酸、氢氟酸分解，高氯酸冒烟，稀盐酸溶解盐类，吸取适量溶液，在 pH9~pH10 的碱性介质中，镍与 α -呋喃二肟（又名 α -联糠肟）生成橙红色络合物，用苯萃取后呈黄色。在分光光度计上，波长 440 nm 处测量吸光度，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 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

4.2 盐酸(1+1)。

4.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

4.4 硝酸(1+1)。

4.5 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。

4.6 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。警告——易爆品，小心操作！

4.7 硫酸(1+9)。警告——不当的稀释易发生危险！



4.8 氨水(1+9)。

4.9 盐酸羟胺溶液(40 g/L)。

4.10 酒石酸钾钠溶液(200 g/L)。

4.11 氢氧化钠溶液(200 g/L)。贮于塑料瓶中。

4.12 苯。

4.13 硫代硫酸钠溶液(200 g/L)：称取 20 g 硫代硫酸钠溶解于经煮沸赶净二氧化碳的 100 mL 冷水中。

4.14 α -呋喃二肟乙醇溶液(1 g/L)。

4.15 镍标准溶液：

a) 镍标准溶液(100.0 $\mu\text{g/mL}$)：

称取 0.100 0 g 金属镍(99.99%以上)，置于 150 mL 烧杯中，加 10 mL 硝酸(4.4)，加热溶解，蒸干，加 3 mL 盐酸(4.1)重复蒸干两次，加 10 mL 盐酸(4.2)，加热溶解盐类，冷却至室温，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，此溶液 1 mL 含 100.0 μg 镍；

b) 镍标准溶液(4.0 $\mu\text{g/mL}$)：

分取 20.0 mL 镍标准溶液[4.15a)]，置于 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，此溶液 1 mL 含 4.0 μg 镍；

c) 镍标准溶液(1.0 $\mu\text{g/mL}$)：

分取 50.0 mL 镍标准溶液[4.15b)]，置于 200 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，此溶液 1 mL 含 1.0 μg 镍。

4.16 酚酞(2 g/L)和百里酚酞(1 g/L)混合溶液；0.2 g 酚酞和 0.1 g 百里酚酞溶解于 90 mL 乙醇中加水至 100 mL。

5 仪器

5.1 分光光度计，全差示分光光度计。

5.2 天平：三级，感量 0.1 mg。

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

同一试料，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

根据镍含量范围按表 1 称取试料量和分取试料溶液。

表 1 试料量与分取试料溶液

含量范围 ($\mu\text{g/g}$)	试料量 (g)	分取试料溶液 (mL)	分取滤液 A (mL)
<200	0.5		25.00
200~1 000	0.2	10.00	10.00
>1 000	0.1	5.00	5.00
注：滤液 A 为 GB/T 14506.3 中(3.5.5.4)或(4.5.5.4)分离二氧化硅后的滤液。			

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

将试料(7.2)置于 50 mL 塑料坩埚中,加几滴水润湿,加入 1.5 mL 高氯酸(4.6)、3 mL 盐酸(4.1)、3 mL 硝酸(4.3)、10 mL 氢氟酸(4.5),置于低温电热板上,加热溶解试料并蒸发至冒白烟,取下稍冷。加 3 mL 盐酸(4.1)继续加热至白烟冒尽,取下稍冷,加 5 mL 盐酸(4.2),温热溶解盐类,移入 50 mL 或 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。放置澄清。

7.5.2 定容

根据镍的含量(7.2),分取 10.0 mL 或 5.00 mL 溶液(7.5.1),置于 25 mL 比色管中,用水稀释至约 10 mL。

7.6 校准溶液系列的配制

取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 镍标准溶液[4.15b)]或 [4.15c)],置于一系列 25 mL 比色管中,用水稀释至约 10 mL。以下按(7.7)分析步骤进行。

7.7 测定

加 2 mL 酒石酸钾钠溶液(4.10)、1 mL 盐酸羟胺溶液(4.9)、2 滴酚酞-百里酚酞混合指示剂(4.16),滴加氢氧化钠溶液(4.11)至呈紫红色,再加 4 滴硫酸(4.7),加 1 mL 硫代硫酸钠溶液(4.13),放置 5 min,加 2 滴酚酞-百里酚酞混合指示剂(4.16),滴加氨水(4.8)至呈现明显的红色再过量 7 滴。加 2 mL α-吡喃二肟显色剂(4.14),摇匀,加 5.00 mL 苯(4.12),剧烈振荡 1 min,静止分层后,吸取有机相,在分光光度计上或全差示分光光度计(微电流 $I=1$),以试剂空白为参比,用 1 cm 比色皿,在波长 440 nm 处测量其吸光度。

注:铁、铝、钛、铜、锰等干扰测定,可加酒石酸钾钠、盐酸羟胺和硫代硫酸钠掩蔽剂消除其影响。

7.8 校准曲线绘制

以浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。从校准曲线上查出相应的镍量。

8 结果计算

8.1 计算结果以质量分数 $w(\text{Ni})$ 计,数值以 $\mu\text{g/g}$ 表示,按式(1)计算镍量:

$$w(\text{Ni}) = \frac{(m_1 - m_0)V}{mV_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- m_1 ——从校准曲线上查得试料溶液的镍量,单位为微克(μg);
- m_0 ——从校准曲线上查得试料空白溶液的镍量,单位为微克(μg);
- V_1 ——分取试料溶液体积,单位为毫升(mL);
- V ——试料溶液总体积,单位为毫升(mL);
- m ——试料量,单位为克(g)。

8.2 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

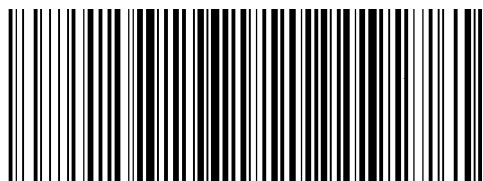
硅酸盐岩石中镍量测定结果的精密度见表 2。

表 2 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	10.0~140	$r=1.180+0.158m$	$R=1.235+0.308m$
注:本精密度数据是由 7 个实验室对 9 个水平的试料进行实验确定的。			

参 考 文 献

- [1] GB/T 14506.3 硅酸盐岩石化学分析方法 二氧化硅量测定
-



GB/T 14506.27-2010

版权专有 侵权必究

*

书号:155066 • 1-40971