



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 6730.39—2017  
代替 GB/T 6730.39—1986

---

## 铁矿石 镍含量的测定 丁二酮肟分光光度法

Iron ores—Determination of nickle content—Dimetylglyoxime  
spectrophotometric method

2017-09-07 发布

2018-06-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

## 前 言

GB/T 6730《铁矿石》分为几十个部分。

本部分为 GB/T 6730 的第 39 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 6730.39—1986《铁矿石化学分析方法 丁二酮肟光度法测定镍量》，本部分与 GB/T 6730.39—1986 比较，除编辑性修改外，主要技术变化如下：

- 标准名称修改为“铁矿石 镍含量的测定 丁二酮肟分光光度法”；
- 增加了“警示”“规范性引用文件”“仪器”和“试验报告”章条及内容，原章节序号做了相应调整；
- 明确并规范了取样和制样的具体要求；
- 将标准中“试样量”改为“试料量”，并明确了称量精度；
- 删除了式(1)中的系数“ $K$ ”及对“ $K$ ”的表述；
- 增加了“最终结果的计算”。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国铁矿石与直接还原铁标准化技术委员会(SAC/TC 317)归口。

本部分起草单位：宁波检验检疫科学技术研究院、二连浩特检验检疫局、冶金工业信息标准研究院。

本部分主要起草人：任春生、黄世杰、宁国东、陈贺海、廖海平、余青、王艳、付冉冉、陈自斌。

本部分所替代标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 6730.39—1986。

# 铁矿石 镍含量的测定

## 丁二酮肟分光光度法

**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的安全和健康措施,并保证符合国家有关法律法规规定的条件。

### 1 范围

GB/T 6730 的本部分规定了丁二酮肟分光光度法测定镍含量。

本部分适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中镍含量的测定。测定范围(质量分数): 0.005 0%~0.10%。

### 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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 6730.1 铁矿石 分析用预干燥试样的制备

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 10322.1 铁矿石 取样和制样方法

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶

GB/T 12807 实验室玻璃仪器 分度吸量管

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管

### 3 原理

在 pH 8~9 时,镍与丁二酮肟形成络合物,用三氯甲烷萃取,在氢氧化钠介质中,用过硫酸铵作氧化剂,使镍与丁二酮肟生成稳定的酒红色络合物。于波长 460 nm 处,测量其吸光度,借此测定镍量。

### 4 试剂和材料

分析中除另有说明外,仅使用认可的分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的二级以上蒸馏水或纯度相当的水。

4.1 焦硫酸钾。

4.2 盐酸羟胺。

4.3 过硫酸铵。

4.4 盐酸, $\rho$  约 1.19 g/mL。

4.5 硝酸, $\rho$  约 1.42 g/mL。

4.6 氢氟酸, $\rho$  约 1.15 g/mL。

4.7 三氯甲烷。

4.8 盐酸,1+23。

- 4.9 硝酸,1+3。
- 4.10 硫酸,1+1。
- 4.11 氢氧化铵,1+1。
- 4.12 酒石酸溶液,25%。
- 4.13 丁二酮肟(1%)乙醇溶液。
- 4.14 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)洗涤液,0.1%。用氢氧化铵(见 4.11)调至 pH 6~7。
- 4.15 镍显色液:称取 8 g 氢氧化钠溶于 100 mL 水中。加 5 g 酒石酸钾钠,搅拌使其溶解,冷却,加入 0.5 g 丁二酮肟,搅拌使其溶解完全。
- 4.16 镍标准储备溶液:称取 0.318 1 g 氧化镍(基准试剂)溶于 20 mL 硝酸(见 4.5)中,加 2 mL 硫酸(见 4.10),低温加热至冒三氧化硫白烟 5 min 以上。冷却,用水溶解盐类,冷至室温后,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 500.0  $\mu\text{g}$  镍。也可使用市售的有证镍标准溶液。
- 4.17 镍标准溶液:移取 5.00 mL 镍标准储备溶液(见 4.16),置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 5.0  $\mu\text{g}$  镍。

## 5 仪器

分析中除非特别说明,使用通常实验室仪器。单标线容量瓶、分度吸量管及单标线移液管应分别符合 GB/T 12806、GB/T 12807 和 GB/T 12808 的规定。

- 5.1 分光光度计。
- 5.2 马弗炉。
- 5.3 铂坩埚,25 mL。

## 6 取样和制样

### 6.1 实验室试样

按照 GB/T 10322.1 进行取制样,一般试样粒度应小于 100  $\mu\text{m}$ ,如试样中化合水或易氧化物含量较高时,其粒度应小于 160  $\mu\text{m}$ 。

注:化合水和易氧化物含量高的规定参见 GB/T 6730.1。

### 6.2 预干燥试样

充分混匀实验室试样,采用份样缩分法取样。按 GB/T 6730.1 的规定,在 105  $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  温度下干燥试样,于干燥器中冷却至室温备用。

## 7 分析步骤

### 7.1 测定次数

按照附录 A,对同一预干燥试样,至少独立测定两次。

注:“独立”是指再次及后续任何一次测定结果不受前面测定结果的影响。本分析方法中,此条件意味着在同一实验室,由同一操作员使用相同的设备、按相同的测试方法,在短时间内对同一被测对象独立进行重复测定,包括采用适当的再校准。

### 7.2 试料量

按表 1 称取预干燥试样(见 6.2),称样时准确至 0.000 2 g。

表 1 不同含量范围所需试料量和分取比例

镍的质量分数范围/%	试样量/g	分取试液体积/mL
0.005~0.010	0.50	50.00
>0.010~0.050		20.00
>0.050~0.10		10.00

### 7.3 空白试验和验证试验

#### 7.3.1 空白试验

随同试料进行空白试验,所有试剂应取自同一试剂瓶。

#### 7.3.2 验证试验

随同试料分析同类型标准样品做验证试验。

### 7.4 测定

#### 7.4.1 试料的分解

7.4.1.1 将试料(见 7.2),置于 250 mL 烧杯中,加水润湿,加 15 mL 盐酸(见 4.4),低温加热至微沸数分钟,加 5 mL 硝酸(见 4.5)、4 mL 硫酸(见 4.10),加热至冒三氧化硫白烟 5 min 以上。取下稍冷,加 5 mL 盐酸(见 4.4)和 30 mL 水,加热溶解盐类,并煮沸 2 min~3 min。用中速滤纸过滤,洗涤。滤液收集于 100 mL 容量瓶中,作为主液保存。

7.4.1.2 残渣连同滤纸移入铂坩埚中,在 800 °C 左右灼烧 10 min~20 min,冷却,加几滴水润湿,加 5 mL 氢氟酸(见 4.6)和 4 滴硫酸(见 4.10),低温加热至冒三氧化硫白烟,冷却,加 2 g 焦硫酸钾(见 4.1),在 650 °C 左右熔融 5 min~10 min,冷却,用热水浸取,合并于主液中,冷至室温,用水稀释至刻度,混匀。按表 1 移取上述溶液,置于 125 mL 分液漏斗中。

#### 7.4.2 分离、显色

加 5 mL 酒石酸溶液(见 4.12),混匀,加约 0.5 g 盐酸羟胺(见 4.2),摇动使其溶解。用水稀释体积至 60 mL~70 mL,加入一小片刚果红试纸,用氢氧化铵(见 4.11)调至试纸变红,并过量 15 滴(此时应为 pH 8~9),加 5 mL 丁二酮肟乙醇溶液(见 4.13)混匀,冷却。分别用 10 mL、5 mL 三氯甲烷(见 4.7),两次萃取(每次振荡 1 min),合并有机相于另一分液漏斗中,弃去水相。用 10 mL EDTA 洗涤液(见 4.14)洗涤有机相,振荡 30 s,待分层后,将有机相放入另一分液漏斗中(尽量把有机相放尽,切不可把 EDTA 洗涤液放下去),水相中再加 3 mL 三氯甲烷(见 4.7)振荡 30 s,分层后,合并有机相,弃去水相。分别用 10 mL、5 mL 盐酸(见 4.8)两次反萃取有机相(每次振荡 30 s),弃去有机相,合并水相于 50 mL 容量瓶中,加 0.5 g 过硫酸铵(见 4.3),立即加入 10 mL 镍显色液(见 4.15),混匀,放置 10 min 后,用水稀释至刻度,混匀。

#### 7.4.3 测量

将部分溶液移入 3 cm 比色皿中,以随同试样空白为参比,于波长 460 nm 处,测量其吸光度。从校准曲线上查出相应的镍量。

## 7.5 校准曲线的绘制

移取 0.00 mL, 2.00 mL, 4.00 mL, 6.00 mL, 8.00 mL, 10.00 mL 镍标准溶液(见 4.17), 分别置于 6 个 125 mL 分液漏斗中, 以下按 7.4.2 进行(但不必加盐酸羟胺)。将部分溶液移入 3 cm 比色皿中, 以试剂空白为参比, 于波长 460 nm 处, 测量其吸光度。以镍量为横坐标, 吸光度为纵坐标绘制校准曲线。

## 8 结果计算及其表示

### 8.1 镍含量计算

按式(1)计算试样中镍含量(质量分数) $w(\text{Ni})$ , 其数值以%表示:

$$w(\text{Ni}) = \frac{m_1 \times V \times 10^{-6}}{m \times V_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$m_1$ ——从校准曲线上查得的镍量, 单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$m$ ——试料量, 单位为克(g);

$V$ ——试液总体积, 单位为毫升(mL);

$V_1$ ——分取试液体积, 单位为毫升(mL)。

### 8.2 分析结果的一般处理

#### 8.2.1 允许差

分析结果的允许差列于表 2。

表 2 允许差 %

镍含量(质量分数)	允许差 $r$
0.005 0~0.010	0.000 9
>0.010~0.050	0.003
>0.050~0.10	0.005

#### 8.2.2 分析结果的确定

根据附录 A 的程序, 按式(1)计算两个独立测量结果, 并与允许差进行比较, 来确定实验室最终分析结果。

#### 8.2.3 最终结果的计算

试样有效分析值的算术平均值为最终分析结果。平均值计算至小数第六位, 并按照 GB/T 8170 数值修约至保留两位有效数字。

## 9 试验报告

试样报告应包括下列信息:

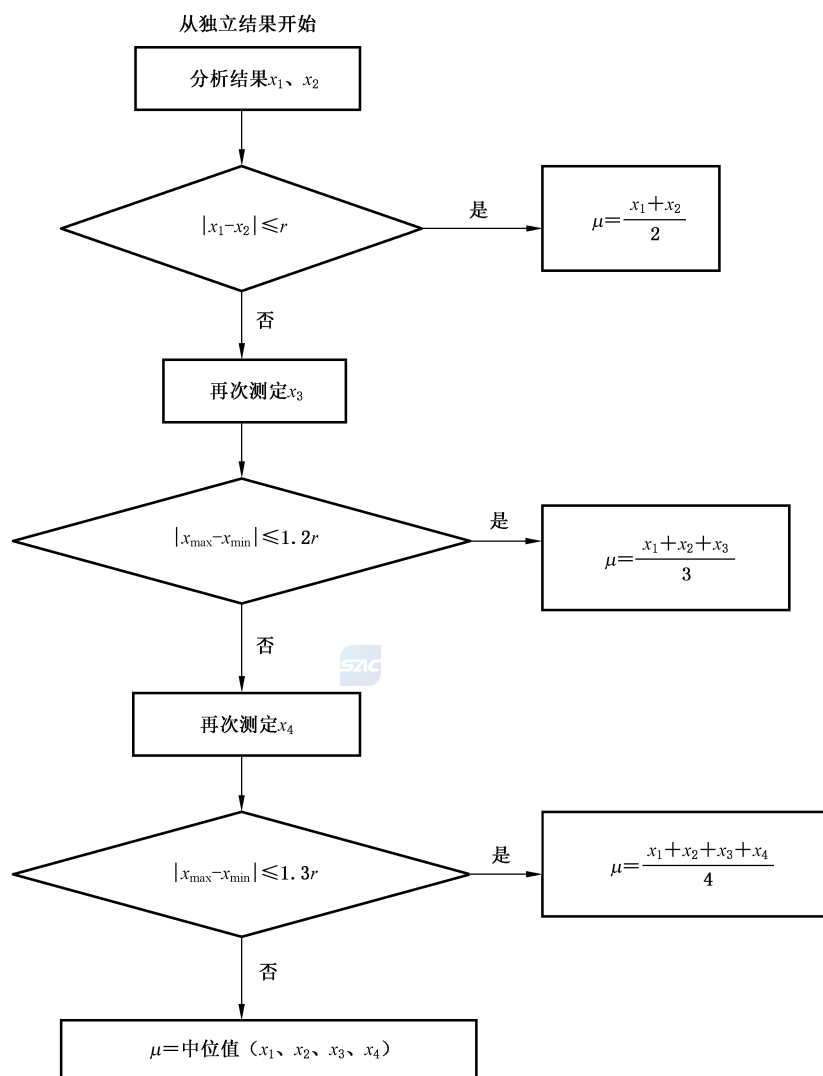
- a) 实验室名称和地址;
- b) 试样报告发布日期;



- c) 本部分的编号；
- d) 样品识别必要的详细说明；
- e) 分析结果；
- f) 测定过程中存在的任何异常特性以及标准中未规定而可能对试样或认证标样的分析结果产生影响的任何操作。

附 录 A  
(规范性附录)  
试样分析结果验收程序

试样分析结果验收程序见图 A.1。



注：r 为分析结果允许差，见表 2。

图 A.1 试样分析结果验收程序流程图