



中华人民共和国国家标准

GB 6730.39—86

铁矿石化学分析方法 丁二酮肟光度法测定镍量

Methods for chemical analysis of iron ores
The dimethylglyoxime photometric method
for the determination of nickel content

1986-08-19 发布

1987-08-01 实施

国 家 标 准 局 发 布

中华人民共和国国家标准

铁矿石化学分析方法 丁二酮肟光度法测定镍量

Methods for chemical analysis of iron ores
The dimethylglyoxime photometric method
for the determination of nickel content

UDC 622.341.1
:543.06

GB 6730.39—86

代替 GB 1380—78

本标准适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中镍量的测定。测定范围：0.005~0.10%。
本标准遵守 GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

在 pH8~9，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。

2 试剂

- 2.1 焦硫酸钾。
- 2.2 盐酸羟胺。
- 2.3 过硫酸铵。
- 2.4 盐酸 (ρ 1.19 g/ml)。
- 2.5 盐酸 (1+23)。
- 2.6 硝酸 (ρ 1.42 g/ml)。
- 2.7 硝酸 (1+3)。
- 2.8 氢氟酸 (ρ 1.15 g/ml)。
- 2.9 硫酸 (1+1)。
- 2.10 氢氧化铵 (1+1)。
- 2.11 三氯甲烷。
- 2.12 酒石酸溶液 (25%)。
- 2.13 丁二酮肟 (1%) 乙醇溶液。
- 2.14 乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 洗涤液 (0.1%) 用氢氧化铵 (2.10) 调至 pH6~7。
- 2.15 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。
- 2.16 镍标准溶液
- 2.16.1 称取 0.3181 g 氧化镍 (基准试剂) 溶于 20 ml 硝酸 (2.6) 中，加 2 ml 硫酸 (2.9)，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 μ g 镍。
- 2.16.2 移取 5.00 ml 镍标准溶液 (2.16.1)，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 μ g 镍。

3 试样

3.1 一般试样粒度应小于 $100\ \mu\text{m}$ ，如试样中结合水或易氧化物质含量高时，其粒度应小于 $160\ \mu\text{m}$ 。

3.2 预干燥不影响试样组成者，应按 GB 6730.1—86《铁矿石化学分析方法分析用预干燥试样的制备》进行。

4 分析步骤

4.1 测定数量

同一试样，在同一试验室，应由同一操作者在不同时间内进行 2~4 次测定。

4.2 试样量

按表 1 称取试样和分取试液量。

表 1

镍 量	称取试样量, g	分取试液量, ml
0.005~0.010	0.5000	50.00
0.010~0.050		20.00
0.050~0.100		10.00

4.3 空白试验

随同试样做空白试验，所用试剂须取自同一试剂瓶。

4.4 校正试验

随同试样分析同类型（指分析步骤相一致）的标准试样。

4.5 测定

4.5.1 试样的分解

4.5.1.1 将试样（4.2），置于 250 ml 烧杯中，加水润湿，加 15 ml 盐酸（2.4），低温加热至微沸数分钟，加 5 ml 硝酸（2.6）、4 ml 硫酸（2.9），加热至冒三氧化硫白烟 5 min 以上。取下稍冷，加 5 ml 盐酸（2.4）和 30 ml 水，加热溶解盐类，并煮沸 2~3 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。

4.5.1.2 残渣连同滤纸移入铂坩埚中，灰化，在 800°C 左右灼烧 10~20 min，冷却，加几滴水润湿，加 5 ml 氢氟酸（2.8）和 4 滴硫酸（2.9），低温加热至冒三氧化硫白烟，冷却，加 2 g 焦硫酸钾（2.1），在 650°C 左右熔融 5~10 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。

4.5.2 分离、显色

加 5 ml 酒石酸溶液（2.12），混匀，加约 0.5 g 盐酸羟胺（2.2），摇动使其溶解。用水稀释体积至 60~70 ml，加入一小片刚果红试纸，用氢氧化铵（2.10）调至试纸变红，并过量 15 滴（此时应为 pH8~9），加 5 ml 丁二酮肟乙醇溶液（2.13）混匀，冷却。分别用 10 ml、5 ml 三氯甲烷（2.11），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（2.14）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（2.11）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（2.5）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（2.3），立即加入 10 ml 镍显色液（2.15），混匀，放置 10 min 后，用水稀释

至刻度，混匀。

4.5.3 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，于分光光度计 460 nm 处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的镍量。

4.6 工作曲线的绘制

移取 0, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00, 10.00 ml 镍标准溶液 (2.16.2)，分别置于 6 个 125 ml 分液漏斗中，以下按 4.5.2 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，于分光光度计波长 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工作曲线。

5 分析结果的计算

5.1 按下式计算镍的百分含量：

$$\text{Ni} (\%) = \frac{m_1 \cdot V}{m \cdot V_1 \times 10^6} \times 100 \times K$$

式中： m_1 ——从工作曲线上查得的镍量， μg ；

m ——试样量，g；

V ——试液总体积，ml；

V_1 ——分取试液体积，ml；

K ——由公式 $K = \frac{100}{100 - A}$ 所得的换算系数（如使用预干燥试样，则 $K=1$ ）， A 是按 GB 6730.3—

86《铁矿石化学分析方法 重量法测定分析试样中吸湿水量》测定得到的吸湿水质量百分

5.2 分析值的验收：

当平行分析同类型标准试样所得的分析值与标准值之差小于表 2 所列的允许差时，则试样分析值有效，否则无效，应重新分析。分析值是否有效首先取决于平行分析的标准试样的分析值是否与标准值一致。

当所得试样的两个有效分析值之差，不大于表 2 所列允许差时，则可予以平均，计算为最终分析结果。如二者之差大于允许差时，则应按附录 A 的规定，进行追加分析和数据处理。

5.3 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或第五位，并按数字修约规则的规定修约至小数第四位或第三位。

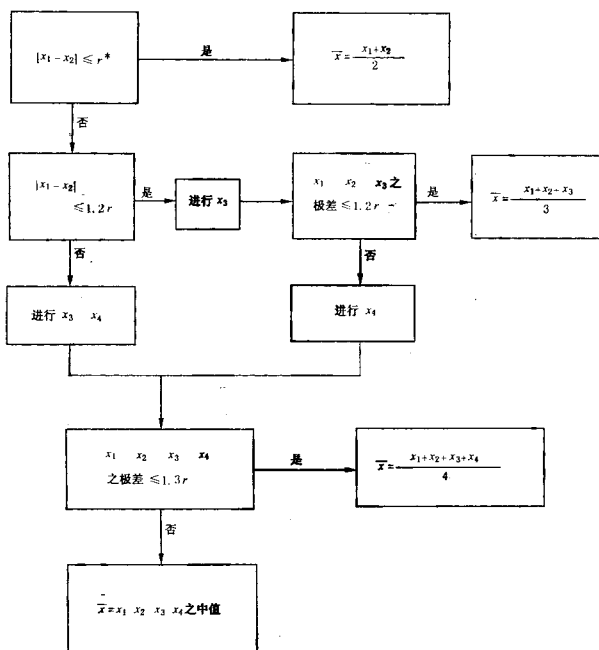
6 允许差

表 2

%

镍 量	标样允许差	试样允许差
0.005~0.0100	± 0.0007	0.0009
>0.0100~0.050	± 0.002	0.003
>0.050~0.100	± 0.004	0.005

附录 A
验收试样分析值程序
(补充件)



附加说明：

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由包头钢铁公司负责起草。

本标准由攀枝花钢铁研究院起草。

本标准主要起草人陈夏儿、石荣华。

自本标准实施之日起，原冶金工业部标准 YB 506—65《钒钛磁铁矿化学分析方法》中镍的测定作废。

* r 即表 2 中所列允许差。