

中华人民共和国国家标准

锰矿石化学分析方法 镍量的测定

GB/T 14949.2—94

代替 GB 1520—79

Manganese ores—Determination of nickel content

本标准等效采用国际标准 ISO 315—1984《锰矿石和锰精矿——镍量的测定——火焰原子吸收光谱法》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了火焰原子吸收光谱法测定镍量。

本标准适用于锰矿石和锰精矿中镍量的测定,测定范围:0.005%~1.0%。

2 方法提要

试样以盐酸和硝酸分解。过滤不溶残渣,滤液保留作为主液。将残渣和滤纸一起灼烧,用氢氟酸和硫酸处理。用碳酸钠熔融,熔融物在盐酸溶液中溶解,所得溶液与主液合并。

将试液喷入空气-乙炔火焰中,用镍空心阴极灯作光源,于原子吸收光谱仪波长 232.0 nm 处,测量其吸光度。

3 试剂

3.1 无水碳酸钠。

3.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.3 盐酸(1+1)。

3.4 盐酸(1+4)。

3.5 盐酸(1+50)。

3.6 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.7 硝酸(1+1)。

3.8 硫酸(1+1)。

3.9 氢氟酸(ρ 1.14 g/mL)。

3.10 基体溶液

3.10.1 将 20 g 高纯金属锰置于 500 mL 烧杯中,加入 150 mL 盐酸(3.3)溶解。冷却后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.10.2 将 20 g 高纯金属锰置于 500 mL 烧杯中,加入 150 mL 盐酸(3.3)溶解。稍冷,加入 40 g 预先溶于水的无水碳酸钠(3.1)。补加盐酸(3.3)至全部沉淀溶解。冷却后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.11 镍标准溶液

3.11.1 称取 1.000 0 g 金属镍(99.95%以上),置于 250 mL 烧杯中,加入 50 mL 硝酸(3.7),加热溶解

后,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 镍。

3.11.2 移取 10.00 mL 镍标准溶液(3.11.1),置于 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 50 μg 镍。

4 仪器、设备

常用实验室仪器、设备及

4.1 铂坩埚。

4.2 原子吸收光谱仪,备有空气-乙炔燃烧器、镍空心阴极灯。

所用原子吸收光谱仪,均应达到下列指标:

4.2.1 最低灵敏度

校准曲线中最高浓度校准溶液的吸光度应不低于 0.3。

4.2.2 校准曲线的线性

校准曲线上端 20%浓度范围内的斜率(表示为吸光度的变化量)与下端 20%浓度范围斜率之比值,应不小于 0.7。

4.2.3 最小稳定性

测量最高校准溶液的吸光度 10 次,并计算吸光度的平均值和标准偏差。其标准偏差不应超过最高校准溶液平均吸光度的 1.5%。

测量最低校准溶液(不是“零”校准溶液)的吸光度 10 次,并计算其标准偏差。该标准偏差不应超过最高校准溶液平均吸光度的 0.5%。

5 试样

试样应通过 0.100 mm 筛网,并在实验室条件下风干。

6 分析步骤

6.1 试料量

称取 1 g 试样,精确至 0.000 1 g。

与此同时称取试样测定湿存水的质量百分数(A)。计算镍的结果时,应将所得结果(质量百分数)乘以换算系数(K),即为完全干燥试样中所测定镍量的质量百分数。

$$\text{换算系数}(K) = \frac{100}{100 - A}$$

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 250 mL 烧杯中,用水润湿,加入 10 mL 盐酸(3.2),盖上表皿,加热溶解。加入 1 mL 硝酸(3.6)。

6.3.2 将溶液蒸发至干。冷却。加入 10 mL 盐酸(3.2),加热至可溶性盐类溶解。用约 30 mL 热水稀释,混匀。

6.3.3 用含有少量滤纸浆的中速滤纸过滤残渣。然后用热盐酸(3.5)洗涤残渣 5~6 次,再用热水洗涤 7~8 次,保留滤液作为主液。

6.3.4 将滤纸连同残渣一起放入铂坩埚中。干燥、灰化,并在 500~600℃灼烧至滤纸完全灰化。冷却坩埚。用水润湿残渣,加入 2~4 滴硫酸(3.8)、5~7 mL 氢氟酸(3.9),加热蒸发至冒尽白烟。然后在 500~600℃下灼烧 10 min。冷却坩埚。加入 1 g 碳酸钠(3.1)于坩埚中,在 900~1 000℃下熔融 15 min。冷却坩埚。将坩埚放入烧杯中,加入 20 mL 盐酸(3.4),加热溶解熔融物。然后用水洗涤坩埚,所得溶液合并

入主液(6.3.3)中。

注：经检查，若残渣中不含镍，可直接用主液进行测量。

6.3.5 试液的制备

将试液(6.3.4)移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

6.3.5.1 当镍量为 0.005%~0.1%时，用试液(6.3.5)按 6.3.6 进行测量。

6.3.5.2 当镍量大于 0.1%时，按表 1 分取试液(6.3.5)于 100 mL 容量瓶中，加入基体溶液(3.10)和盐酸(3.2)，用水稀释至刻度，混匀。按 6.3.6 进行测量。

表 1

| 样品中镍的含量 % | 分取溶液 mL | 测量溶液中的镍量 μg/mL | 基体溶液(3.10) mL | 盐酸(3.2) mL |
|--------------|------------|-------------------|------------------|---------------|
| 0.005~0.1 | — | 0.5~10 | — | — |
| >0.1~0.5 | 20 | >2~10 | 20 | 8 |
| >0.5~1.0 | 10 | >5~10 | 22.5 | 9 |

6.3.6 原子吸收光谱测量

将试液在原子吸收光谱仪上，于波长 232.0 nm 处，以空气-乙炔火焰，用水调零，测量其吸光度。

6.3.7 将试液的吸光度和随同空白溶液的吸光度，从校准曲线上查出相应镍的浓度，μg/mL。

6.4 校准曲线的绘制

6.4.1 镍量小于 0.02%

用滴定管向 6 个 100 mL 容量瓶顺序加入 0、1.00、2.00、2.50、3.00 和 4.00 mL 镍标准溶液(3.11.2)，加入 25 mL 基体溶液(3.10)、10 mL 盐酸(3.2)，用水稀释至刻度，混匀。

6.4.2 镍量大于 0.02%

用滴定管向 6 个 100 mL 容量瓶顺序加入 0、4.00、8.00、12.00、16.00 和 20.00 mL 镍标准溶液(3.11.2)，加入 25 mL 基体溶液(3.10)、10 mL 盐酸(3.2)，用水稀释至刻度，混匀。

6.4.3 将校准溶液(6.4.1 或 6.4.2)按 6.3.6 进行测量。

校准曲线系列每一溶液的吸光度减去零浓度溶液的吸光度，为镍校准曲线系列溶液的净吸光度。以镍浓度为横坐标，净吸光度为纵坐标绘制校准曲线。

7 结果计算

镍的质量百分数按下式计算：

$$\text{Ni}(\%) = \frac{(c_2 - c_1) \times V \times 100}{m \times 10^6} \times K$$

式中： c_2 ——自校准曲线上查得的试液中镍的浓度，μg/mL；

c_1 ——自校准曲线上查得的随同试样空白溶液中镍的浓度，μg/mL；

V ——被测试液的体积，mL；

m ——被测试液的试料的质量，g；

K ——在完全干燥试样中镍量的换算系数。

8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

%

| 镍 量 | 允许差 |
|------------|-------|
| 0.005~0.01 | 0.003 |
| >0.01~0.02 | 0.005 |
| >0.02~0.05 | 0.007 |
| >0.05~0.1 | 0.01 |
| >0.1~0.2 | 0.02 |
| >0.2~0.5 | 0.03 |
| >0.5~1.0 | 0.04 |

附加说明：

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由中国有色金属工业总公司矿产地质研究院、冶金工业部长沙矿冶研究院负责起草。

本标准由广西冶金研究所起草。

本标准主要起草人黄祖安。