

附录 A  
(资料性附录)

## 仪器参考工作条件及有关说明

## A.1 原子吸收分光光度计的参考工作条件

见表 A.1。

表 A.1 原子吸收分光光度计的参考工作条件

波长/ nm	灯电流/ mA	单色器通带/ nm	燃烧器高度/ mm	空气压力/ MPa	乙炔压力/ MPa
232.0	10	0.2	10.0	0.16	0.03

## A.2 本部分有关说明

在本实验条件下,分别共存下列含量的元素(离子),不影响镍的测定:Ca、Mg、Fe、Zn 各(5 000  $\mu\text{g/g}$ ); Mn(4 000  $\mu\text{g/g}$ ); K、Al、Pb、Cr 各(2 000  $\mu\text{g/g}$ ); Na、Ba、Mo、W、Cu 各(1 000  $\mu\text{g/g}$ ); Li、Sr、B、Si、Sn、Ti、V、Co、Cd 各(500  $\mu\text{g/g}$ ); Bi(400  $\mu\text{g/g}$ ); As、Hg 各(200  $\mu\text{g/g}$ ); Au、Ag 各(100  $\mu\text{g/g}$ ); Be、Ga、In、Tl 各(50  $\mu\text{g/g}$ ); Rb、Cs 各(30  $\mu\text{g/g}$ ); Pt(20  $\mu\text{g/g}$ )。



## 中华人民共和国国家标准

GB/T 14353.5—2010  
代替 GB/T 14353.5—1993

GB/T 14353.5—2010

铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法  
第 5 部分:镍量测定Methods for chemical analysis of copper ores, lead ores and zinc ores—  
Part 5: Determination of nickel content

GB/T 14353.5—2010

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-41011

定价: 14.00 元

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  
中国国家标准化管理委员会 发布

中华人民共和国  
国家标准  
铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法  
第5部分：镍量测定  
GB/T 14353.5—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 9 千字  
2010年12月第一版 2010年12月第一次印刷  
\*  
书号：155066·1-41011 定价 14.00 元

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

(4.7)、硼酸溶液(4.8)分别至5 mL,用水稀释至刻度,摇匀。

7.6 校准溶液系列配制

分取0.00 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL、25.00 mL 镍标准溶液[4.10b)],分别置于一组50 mL容量瓶中,加入5 mL盐酸(4.7)、5 mL硼酸溶液(4.8)(若用碱熔,可不加硼酸溶液),用水稀释至刻度,摇匀。

7.7 测定

警告:应按照原子吸收分光光度计的使用规定点燃或熄灭空气-乙炔火焰,以避免可能引起的爆炸危险。

用原子吸收分光光度计,参照仪器工作条件,调整仪器参数至最佳状态。分别测量校准系列溶液和试料溶液的吸光度值,同时进行空白试验溶液和验证试验溶液的测定(参见附录A)。

7.8 校准曲线绘制

以镍量为横坐标,吸光度值为纵坐标,绘制校准曲线,从校准工作曲线上得到相应的镍量。

8 结果计算

镍量以质量分数  $w(\text{Ni})$  计,数值用%表示,按下式计算:

$$w(\text{Ni}) = \frac{(m_1 - m_0)V \times 10^{-6}}{mV_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- $m_1$ ——从校准曲线得到分取试料溶液的镍量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );
  - $m_0$ ——从校准曲线上得到空白试验溶液的镍量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );
  - $V$ ——试料溶液的总体积,单位为毫升(mL);
  - $m$ ——试料量,单位为克(g);
  - $V_1$ ——分取试料溶液的体积,单位为毫升(mL)。
- 计算结果表示为:0.00X、0.XX、X.XX。

9 精密度

方法精密度见表2。

表2 方法精密度 单位为微克每克

元素	水平范围 $m$	重复性限 $r$	再现性限 $R$
Ni	2.8~375	$r=1.173\ 1+0.093\ 9m$	$R=3.471\ 0+0.159\ 4m$
注:方法精密度由4个实验室对4个水平的试样进行试验确定。			

- b) 镍标准溶液 $[\rho(\text{Ni})=10.0 \mu\text{g}/\text{mL}]$ :移取 50.00 mL 镍标准储备溶液[4.10a)],置于 500 mL 容量瓶中,用盐酸溶液(1+99)稀释至刻度,摇匀。

## 5 仪器

- 5.1 原子吸收分光光度计(带塞曼效应或连续光谱灯背景校正器),配镍元素空心阴极灯。  
5.2 分析天平:三级,感量 0.1 mg。

## 6 试样

- 6.1 按照 GB/T 14505 的相关要求,加工试样的粒径应小于 97  $\mu\text{m}$ 。  
6.2 试样在 60  $^{\circ}\text{C}$ ~80  $^{\circ}\text{C}$  烘箱中干燥 2 h~4 h,并置于干燥器中冷却至室温备用。

## 7 分析步骤

### 7.1 试料

根据试样中镍量,按表 1 称取试料量,精确至 0.1 mg。

表 1 试料量

镍量/ %	试料量/ g	分取试液体积/ mL
0.001~0.025	1.0	—
0.025~0.05	0.5	—
0.05~0.125	0.2	—
0.125~0.25	0.1	—
0.25~0.5	0.1	25.00
0.5~1	0.1	10.00

### 7.2 空白试验

随同试料进行双份空白试验,所用试剂应取自同一试剂瓶,加入同等的量。

### 7.3 验证试验

随同试料分析同矿种、含量接近的标准物质。

### 7.4 试料的分解

#### 7.4.1 一般试料分解

将试料(7.1)置于聚四氟乙烯坩埚中,加入 10 mL 氢氟酸(4.3),加盖,放置过夜,移去盖子,加入 10 mL 王水(4.6),0.5 mL 高氯酸(4.4),加盖,在低温电热板上微沸 30 min,冲洗盖子,继续在电热板上加热至高氯酸白烟冒尽,取下冷却,加入 5 mL 盐酸(4.7),5 mL 硼酸溶液(4.8),温热溶解盐类,取下,冷却至室温后,用水移入 50 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,摇匀,澄清。

#### 7.4.2 难溶试料分解

将试料(7.1)置于刚玉坩埚中,加入 4 g~6 g 过氧化钠(4.1),用玻棒搅匀,上面再盖适量(约 1 g)氢氧化钠(4.2),置于 550  $^{\circ}\text{C}$  高温炉中熔融 20 min,取出冷却,将坩埚放入 200 mL 烧杯中,加入 100 mL 温水,盖上表面皿,待激烈反应停止后,用水洗出坩埚,加入无水乙醇(4.5)数滴,煮 3 min~5 min,取下,过滤。沉淀和烧杯用热的氢氧化钠溶液(4.9)洗 10 次~15 次,将沉淀用热的盐酸(4.7)溶解于原烧杯中,将溶液在电热板上蒸干,加入 5 mL 盐酸(4.7),适量水溶解盐类,用水移入 50 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,摇匀。

### 7.5 定容

当镍量大于 0.25% 时,按照表 1 分取试液(7.4.1 或 7.4.2),置于 50 mL 容量瓶中,补加盐酸

## 前 言

GB/T 14353《铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法》分为 18 个部分:

- 第 1 部分:铜量测定;
- 第 2 部分:铅量测定;
- 第 3 部分:锌量测定;
- 第 4 部分:镉量测定;
- 第 5 部分:镍量测定;
- 第 6 部分:钴量测定;
- 第 7 部分:砷量测定;
- 第 8 部分:铋量测定;
- 第 9 部分:钼量测定;
- 第 10 部分:钨量测定;
- 第 11 部分:银量测定;
- 第 12 部分:硫量测定;
- 第 13 部分:镓量、铟量和铊量测定;
- 第 14 部分:锗量测定;
- 第 15 部分:硒量测定;
- 第 16 部分:碲量测定;
- 第 17 部分:铈量测定;
- 第 18 部分:铜量、铅量、锌量、钴量和镍量测定。

本部分为 GB/T 14353 的第 5 部分。

本部分代替 GB/T 14353.5—1993《铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法 镍的测定》。

本部分与 GB/T 14353.5—1993 相比,主要变化如下:

- 增加了警示、警告内容;
- 修改了试样干燥温度;
- 删除了丁二肟-磺基水杨酸-氢氧化铵-氯化铵底液极谱法。

本部分附录 A 为资料性附录。

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:陕西省地质矿产实验研究所。

本部分主要起草人:牟乃仓,李小寒,熊英。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 14353.5—1993。