

附录 A
(资料性附录)

仪器工作参考条件及干扰消除

A.1 使用原子吸收分光光度计的参考工作条件如表 A.1 所示。

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
352.5	15	0.4	7.5	0.16	0.025

A.2 本法测定镍时,干扰主要表现在大量基体元素钙、镁、铁、铝对镍信号的抑制,以不大于 3% 干扰计,1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的钙、镁、铝,2 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的铁不干扰测定。



中华人民共和国国家标准

GB/T 15923—2010
代替 GB/T 15923—1995

镍矿石化学分析方法 镍量测定

Method for chemical analysis of nickel ores—
Determination of nickel content



GB/T 15923-2010

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-41053

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

别测量校准溶液系列、空白溶液和试料溶液(7.4.1和7.4.2)中镍的吸光度。

7.7 校准曲线绘制

以镍量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制校准曲线,从校准曲线上查的相应的镍量。

8 结果计算

镍量以质量分数 $w(\text{Ni})$ 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w(\text{Ni}) = \frac{(\rho_1 - \rho_0)V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ_1 ——试样溶液中镍的质量浓度的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

ρ_0 ——空白溶液中镍的质量浓度的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V ——测定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——称取试料质量,单位为克(g)。

计算结果保留到小数点后两位。

9 精密度

镍矿石中镍量测定结果精密度见表2。

表2 精密度

水平范围 $m/(\mu\text{g}/\text{g})$	重复性限 $r/(\mu\text{g}/\text{g})$	再现性限 $R/(\mu\text{g}/\text{g})$
0.57~6.51	$r=0.0023+0.027m$	$R=0.0044+0.1063m$

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
镍矿石化学分析方法
镍量测定

GB/T 15923—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 7 千字

2010年12月第一版 2010年12月第一次印刷

*

书号:155066·1-41053 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

5 仪器

5.1 原子吸收分光光度计。附镍元素空心阴极灯。

5.2 分析天平：三级，感量 0.1 mg。

6 试样

6.1 试样粒径应小于 74 μm 。

6.2 试样在 105 $^{\circ}\text{C}$ 烘箱中烘 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

根据试样中镍的含量，按表 1 称取试料量，精确至 0.1 mg。

表 1 称取试料量

镍的含量/%	试料量/g	测量体积/mL
0.1~0.5	0.5	50.0
>0.5~2	0.2	50.0
>2~6	0.1	100.0

7.2 空白试验

随同实验进行双份空白试验，所用试剂应取同一试剂瓶，加入同等的量。

7.3 验证试验

随同试料分析同矿种、含量相近的标准物质。

7.4 试料分解

7.4.1 一般试料

将试料(7.1)置于聚四氟乙烯坩埚中，用适量水润湿，加入 5 mL 氢氟酸(4.5)、10 mL 王水(4.8)、1 mL 高氯酸(4.6)，加盖，于电热板上(低于 200 $^{\circ}\text{C}$)溶解，待样品完全溶解，去盖，继续加热至高氯酸白烟冒尽，取下，冷却。加入 10 mL 盐酸(4.9)，温热溶解盐类，取下，冷至室温后，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

将试料(7.1)置于刚玉坩埚中，加入 4 g 过氧化钠(4.1)，混匀，上面覆盖 1 g 氢氧化钠(4.2)，置于已升温至 650 $^{\circ}\text{C}$ 高温炉中，并保持此温度至全融(约 10 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，加数滴无水乙醇(4.7)，在电炉上煮沸 3 min~5 min，取下冷却。过滤，用热的氢氧化钠溶液(4.11)洗烧杯、坩埚及沉淀 6 次~8 次，用热盐酸(4.9)溶解沉淀于原烧杯中，洗出坩埚，将溶液置于电热板上蒸干。加入 5 mL 盐酸(4.9)及少许水溶解盐类，用水移入 50 mL 容量瓶中，并稀释至刻度，摇匀。

7.5 校准溶液系列配制

在一系列 50 mL 的容量瓶中，分别加入 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL……10.00 mL 镍标准溶液(4.12)，加入 10 mL 盐酸(4.9)，用水稀释至刻度，摇匀。该系列溶液镍的质量浓度分别为 0.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、5.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、10.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ……100.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

7.6 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！

使用火焰原子吸收分光光度计，在波长 352.5 nm 处按仪器工，按仪器工作条件(参见附录 A)，分

前 言

本标准代替 GB/T 15923—1995《镍矿石化学分析方法 火焰原子吸收分光光度法测定镍量》。

本标准与 GB/T 15923—1995 相比，主要变化如下：

——修改了标准的中文名称；

——修改了标准的英文名称；

——增加了警示、警告的内容；

——增加了对所用试剂纯度及实验用水的要求；

——增加了对试样粒径及其干燥的要求；

——增加了验证试验内容；

——原标准的滴定度 T 在本标准中改为标准溶液的因子 f 。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国国土资源部提出。

本标准由全国国土资源标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位：国家地质实验测试中心。

本标准起草单位：湖北省地质实验研究所。

本标准主要起草人：吴俊、方金东、唐兴敏。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 15923—1995。