

GB/T 14506.27—2010

参 考 文 献

[1] GB/T 14506.3 硅酸盐岩石化学分析方法 二氧化硅量测定

GB/T 14506.27—2010

ICS 73.080
D 53

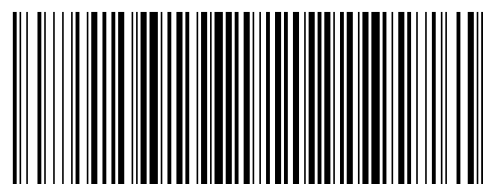


中华人民共和国国家标准

GB/T 14506.27—2010
代替 GB/T 14506.27—1993

硅酸盐岩石化学分析方法 第 27 部分：镍量测定

Methods for chemical analysis of silicate rocks—
Part 27: Determination of nickel content



GB/T 14506.27—2010

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-40971

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
硅酸盐岩石化学分析方法
第 27 部分：镍量测定
GB/T 14506.27—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 10 千字
2010 年 12 月第一版 2010 年 12 月第一次印刷

*
书号：155066·1-40971 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

7.5 测定

7.5.1 试料的分解

将试料(7.2)置于 50 mL 塑料坩埚中,加几滴水润湿,加入 1.5 mL 高氯酸(4.6)、3 mL 盐酸(4.1)、3 mL 硝酸(4.3)、10 mL 氢氟酸(4.5),置于低温电热板上,加热溶解试料并蒸发至冒白烟,取下稍冷。加 3 mL 盐酸(4.1)继续加热至白烟冒尽,取下稍冷,加 5 mL 盐酸(4.2),温热溶解盐类,移入 50 mL 或 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。放置澄清。

7.5.2 定容

根据镍的含量(7.2),分取 10.0 mL 或 5.00 mL 溶液(7.5.1),置于 25 mL 比色管中,用水稀释至约 10 mL。

7.6 校准溶液系列的配制

取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 镍标准溶液[4.15b)]或[4.15c)],置于一系列 25 mL 比色管中,用水稀释至约 10 mL。以下按(7.7)分析步骤进行。

7.7 测定

加 2 mL 酒石酸钾钠溶液(4.10)、1 mL 盐酸羟胺溶液(4.9)、2 滴酚酞-百里酚酞混合指示剂(4.16),滴加氢氧化钠溶液(4.11)至呈紫红色,再加 4 滴硫酸(4.7),加 1 mL 硫代硫酸钠溶液(4.13),放置 5 min,加 2 滴酚酞-百里酚酞混合指示剂(4.16),滴加氨水(4.8)至呈现明显的红色再过量 7 滴。加 2 mL α-萘啉二脒显色剂(4.14),摇匀,加 5.00 mL 苯(4.12),剧烈振荡 1 min,静止分层后,吸取有机相,在分光光度计上或全差示分光光度计(微电流 $I=1$),以试剂空白为参比,用 1 cm 比色皿,在波长 440 nm 处测量其吸光度。

注：铁、铝、钛、铜、锰等干扰测定,可加酒石酸钾钠、盐酸羟胺和硫代硫酸钠掩蔽剂消除其影响。

7.8 校准曲线绘制

以浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。从校准曲线上查出相应的镍量。

8 结果计算

8.1 计算结果以质量分数 $w(\text{Ni})$ 计,数值以 $\mu\text{g/g}$ 表示,按式(1)计算镍量:

$$w(\text{Ni}) = \frac{(m_1 - m_0)V}{mV_1} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- m_1 ——从校准曲线上查得试料溶液的镍量,单位为微克(μg);
- m_0 ——从校准曲线上查得试料空白溶液的镍量,单位为微克(μg);
- V_1 ——分取试料溶液体积,单位为毫升(mL);
- V ——试料溶液总体积,单位为毫升(mL);
- m ——试料量,单位为克(g)。

8.2 分析结果以 $x.x \mu\text{g/g}$ 、 $xx.x \mu\text{g/g}$ 、 $xxx \mu\text{g/g}$ 表示。

9 精密度

硅酸盐岩石中镍量测定结果的精密度见表 2。

表 2 精密度

单位为微克每克

成分	水平范围 m	重复性限 r	再现性限 R
Ni	10.0~140	$r=1.180+0.158m$	$R=1.235+0.308m$
注：本精密度数据是由 7 个实验室对 9 个水平的试料进行实验确定的。			

4.14 α -吡喃二肟乙醇溶液(1 g/L)。

4.15 镍标准溶液：

a) 镍标准溶液(100.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$)：

称取 0.100 0 g 金属镍(99.99%以上)，置于 150 mL 烧杯中，加 10 mL 硝酸(4.4)，加热溶解，蒸干，加 3 mL 盐酸(4.1)重复蒸干两次，加 10 mL 盐酸(4.2)，加热溶解盐类，冷却至室温，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，此溶液 1 mL 含 100.0 μg 镍；

b) 镍标准溶液(4.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$)：

分取 20.0 mL 镍标准溶液[4.15a)]，置于 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，此溶液 1 mL 含 4.0 μg 镍；

c) 镍标准溶液(1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$)：

分取 50.0 mL 镍标准溶液[4.15b)]，置于 200 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，此溶液 1 mL 含 1.0 μg 镍。

4.16 酚酞(2 g/L)和百里酚酞(1 g/L)混合溶液；0.2 g 酚酞和 0.1 g 百里酚酞溶解于 90 mL 乙醇中加水至 100 mL。

5 仪器

5.1 分光光度计，全差示分光光度计。

5.2 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 试样应在 105 $^{\circ}\text{C}$ 预干燥 2 h~4 h，置于干燥器中，冷却至室温。

6.3 对易吸水的岩石，应取空气干燥试样，在称样的同时，按 GB/T 14506.1 进行吸附水量的测定。最终以干态计算结果。

7 分析步骤

7.1 测定数量

同一试料，一般应进行双份测定，或按一定比例进行双份测定。

7.2 试料量

根据镍含量范围按表 1 称取试料量和分取试料溶液。

表 1 试料量与分取试料溶液

含量范围 ($\mu\text{g}/\text{g}$)	试料量 (g)	分取试料溶液 (mL)	分取滤液 A (mL)
<200	0.5		25.00
200~1 000	0.2	10.00	10.00
>1 000	0.1	5.00	5.00

注：滤液 A 为 GB/T 14506.3 中(3.5.5.4)或(4.5.5.4)分离二氧化硅后的滤液。

7.3 空白试验

随同试料进行两份空白试验，所用试剂应取自同一试剂瓶，加入同等的量。

7.4 验证试验

随同试料分析同类型的标准物质。

前 言

GB/T 14506《硅酸盐岩石化学分析方法》由以下 30 部分组成：

- 第 1 部分：吸附水量测定；
- 第 2 部分：化合水量测定；
- 第 3 部分：二氧化硅量测定；
- 第 4 部分：三氧化二铝量测定；
- 第 5 部分：总铁量测定；
- 第 6 部分：氧化钙量测定；
- 第 7 部分：氧化镁量测定；
- 第 8 部分：二氧化钛量测定；
- 第 9 部分：五氧化二磷量测定；
- 第 10 部分：氧化锰量测定；
- 第 11 部分：氧化钾和氧化钠量测定；
- 第 12 部分：氟量测定；
- 第 13 部分：硫量测定；
- 第 14 部分：氧化亚铁量测定；
- 第 15 部分：锂量测定；
- 第 16 部分：铷量测定；
- 第 17 部分：铯量测定；
- 第 18 部分：铜量测定；
- 第 19 部分：铅量测定；
- 第 20 部分：锌量测定；
- 第 21 部分：镍和钴量测定；
- 第 22 部分：钒量测定；
- 第 23 部分：铬量测定；
- 第 24 部分：镉量测定；
- 第 25 部分：钼和钨量测定；
- 第 26 部分：钽量测定；
- 第 27 部分：铈量测定；
- 第 28 部分：16 个主次成分量测定；
- 第 29 部分：稀土等 22 个元素量测定；
- 第 30 部分：44 个元素量测定。

本部分为 GB/T 14506 的第 27 部分。

本部分代替 GB/T 14506.27—1993《硅酸盐岩石化学分析方法 α 吡喃二肟光度法测定镍量》。

本部分与 GB/T 14506.27—1993 相比主要变化如下：

- 增加了规范性引用文件、警示、警告内容；
- 将称取试料量和分取溶液改为列表表示。

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。