

DB63

青海省地方标准

DB63/T 1728—2019

镍矿石物相分析规程

Analysis of nickel ore facies-code of practice

2019 – 04 – 11 发布

2019 – 06 – 20 实施

青海省市场监督管理局

发布

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 原理 1

4 试剂和材料 1

5 仪器设备 2

6 样品 2

7 实验步骤 2

 7.1 样品前处理 2

 7.2 系列标准溶液配置 3

 7.3 校准曲线绘制 3

 7.4 测定 3

8 实验数据处理 3

9 平行样控制与空白试验 4

10 精密度控制 4

11 废物处理 4

附录 A（资料性附录） 仪器测试条件..... 5

前 言

本标准依据GB/T 1.1-2009的规则编写。

本标准由青海省地质矿产测试应用中心提出。

本标准由青海省自然资源厅归口。

本标准主要起草单位：青海省地质矿产测试应用中心。

本标准主要起草人：朱琳、刘旻、石华、孙晓华、赵玉卿、郭艳丽、王燕、周岚、肖昭蓉、张明、杨会娟、熊馨、雷占昌。

镍矿石物相分析规程

警示：使用本标准的人员应经培训后方能使用。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者应采取适当的的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。氢氟酸有毒，有腐蚀性，操作时防止与皮肤接触。高氯酸是易爆品，小心操作。

1 范围

本标准规定了镍矿中硫酸镍、氧化镍、硫化镍、硅酸镍的提取方法和测试方法。

本标准适用于镍矿石中硫酸镍、氧化镍、硫化镍、硅酸镍量的测定。

测定范围：0.004%~20%。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

DZ/T 0130.2 地质矿产实验室测试质量管理规范 第2部分：岩石矿物分析试样制备

DZ/T 0130.3 地质矿产实验室测试质量管理规范 第3部分：岩石矿物样品化学分析

3 原理

试样用乙酸铵-亚硫酸钠中性溶液浸取硫酸镍，用柠檬酸浸取氧化镍，再用饱和溴水浸取硫化镍，最后残渣中测定硅酸镍。硫酸镍、氧化镍、硫化镍、硅酸镍均在10%王水介质中，于电感耦合等离子体发射光谱仪上测定，分别计算硫酸镍量、氧化镍量、硫化镍量、硅酸镍量。

4 试剂和材料

除非另有说明，在分析中均使用分析纯试剂和符合GB/T 6682规定的分析实验室用水：

- a) 盐酸： $\rho(\text{HCl}) = 1.19 \text{ g/mL}$ ；
- b) 硝酸： $\rho(\text{HNO}_3) = 1.42 \text{ g/mL}$ ；
- c) 氢氟酸： $\rho(\text{HF}) = 1.49 \text{ g/mL}$ ；
- d) 高氯酸： $\rho(\text{HClO}_4) = 1.76 \text{ g/mL}$ ；
- e) 氨水： $\rho(\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}) = 0.91 \text{ g/mL}$ ；
- f) 乙酸： $\rho(\text{CH}_3\text{COOH}) = 1.05 \text{ g/mL}$ ；
- g) 液态溴： $\rho(\text{Br}_2) = 3.12 \text{ g/mL}$ ；
- h) 饱和溴水：过量液态溴（g）溶于蒸馏水中；
- i) 王水：盐酸（a）+硝酸（b）=（3+1），新鲜配制；

- j) 王水：(1+1)；
- k) 乙酸铵（分析纯）；
- l) 亚硫酸钠（分析纯）；
- m) 柠檬酸（分析纯）；
- n) 抗坏血酸（分析纯）；
- o) 乙酸铵浸取液：称取 5g 乙酸铵（k）、1g 亚硫酸钠（l）溶于 100mL 水中，用氨水（e）和乙酸（f）调至中性；
- p) 柠檬酸浸取液：称取 210.14g 柠檬酸（m）溶于 1000mL 水中；
- q) 镍标准溶液（1000 $\mu\text{g/mL}$ ）：市售；
- r) 高纯氩气：氩气含量 $\geq 99.999\%$ 。

5 仪器设备

实验中涉及到的主要仪器设备和条件如下，未提到的参见附录A：

- a) 电感耦合等离子体发射光谱仪；
- b) 分析天平(感量 0.1mg)；
- c) 调速振荡器；
- d) 温控电热板；
- e) 实验中涉及到的主要仪器和条件如下未提到的参见附录 A。

6 样品

分析样品粒度为0.149 mm（100目）。

7 实验步骤

7.1 样品前处理

7.1.1 硫酸镍的分离

称取0.5 g~1.0 g试样（精确至0.0001 g）置于250mL锥形瓶中，加入50 mL乙酸铵浸取液（o），室温振荡0.5 h。中速滤纸过滤，用水洗涤沉淀及残渣5次~7次，滤液用100mL烧杯承接，在电热板（120 $^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ ）上加热蒸发至约1 mL~2 mL，再用10mL王水（1+1）（j）溶解，定容至50 mL容量瓶中摇匀待测。

7.1.2 氧化镍的分离

将分离硫酸镍的残渣连同滤纸一起移入原锥形瓶中，加入100 mL柠檬酸浸取液（p）和0.2g抗坏血酸（n），室温下振荡1 h后中速滤纸过滤，用水洗涤沉淀及残渣5次~7次，滤液用100 mL烧杯承接，在电热板（120 $^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ ）上加热蒸发至大约80 mL，定容至100 mL容量瓶中，摇匀后分取5 mL至50 mL容量瓶中，加10 mL王水（1+1）（j），定容摇匀待测。

7.1.3 硫化镍的分离

将分离氧化镍的残渣移入原锥形瓶中，加入50 mL饱和溴水（h），室温下振荡1 h。用中速滤纸过滤，用水洗涤沉淀及残渣5次～7次，滤液用100mL烧杯承接，在电热板（120 ℃±5 ℃）上加热至溴素冒尽，用10 mL王水（1+1）（j）溶解，定容至50mL容量瓶中摇匀待测。

7.1.4 硅酸镍的分离

将分离硫化镍的残渣连同滤纸一起放入瓷坩埚中，置于高温炉中灰化，在600 ℃±20 ℃灼烧40 min。取出，冷却，将残渣转入300 mL聚四氟乙烯坩埚中，加入5mL氢氟酸（c）、5 mL盐酸（a）、1 mL高氯酸（d）放在电热板（120 ℃±5 ℃）上加热至高氯酸白烟冒尽，取下冷却，加入10 mL王水（1+1）（j），定容至50 mL容量瓶摇匀待测。

7.2 系列标准溶液配置

按表1规定将镍标准溶液（q）逐级稀释至所需浓度分别移入100 mL容量瓶中，再分别加入20 mL王水（1+1）（j），用水稀释至刻度，摇匀。

表1 标准工作溶液

元素	标准点 1	标准点 2	标准点 3	标准点 4	标准点 5	标准点 6	标准点 7
镍（μg/mL）	0.00	0.01	0.10	1.00	10.0	100	200

7.3 校准曲线绘制

测定前，根据待测元素性能和仪器性能，进行氩气流量、射频发生器功率等测量条件优化参见附录 A，在相应波长处测定处测定各种标准溶液的辐射强度，以质量浓度（μg/mL）为横坐标，相应的辐射强度为纵坐标，绘制工作曲线。

7.4 测定

与标准溶液相同的条件下分别测量校准溶液系列、空白溶液和试料溶液（7.1.1、7.1.2、7.1.3和7.1.4），测定辐射强度，在工作曲线上查出镍元素的质量浓度ρ（μg/mL）。

8 实验数据处理

试样中硫酸镍、氧化镍、硫化镍、硅酸镍的含量ω（ug/g）按照公式（1）计算，结果数字修约规则按照GB/T 8170规定执行。

$$\omega(B)=\frac{(\rho_1-\rho_0)\times V}{m}\times 10^{-4} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- ω(B)—试样中硫酸镍、氧化镍、硫化镍、硅酸镍的含量，10⁻²；
- ρ₁—由校准曲线查得测定试样中元素的浓度，μg/mL；
- ρ₀—空白试样的浓度，μg/mL；
- m—称取试样的质量，g；
- V—试样的定容体积，mL。

9 平行样控制与空白试验

应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；每件样品全部进行平行样品分析。

10 精密度控制

试样重复分析相对偏差允许限的数学模型作为重复分析结果精密度的允许限（ Y_c ）。试样重复分析相对偏差允许限的数学模型为：

$$Y_c=0.67 \times (14.37 \bar{X}^{-0.1263}-7.659) \dots\dots\dots (2)$$

式中：

Y_c —重复分析试样中某组分的相对偏差允许限，%；

X —重复分析试样中某组分平均质量分数，%；

0.67—矿种某组分重复分析相对偏差允许限系数；由DZ/T 0130.3可查得有色金属矿石中镍的相对偏差允许限系数为0.67。

当硫酸镍、氧化镍、硫化镍、硅酸镍含量总和分别大于3%，0.2%~3%，和小于0.2%时，硫酸镍、氧化镍、硫化镍、硅酸镍含量总和与单独分析总镍含量相对偏差允许限分别不得超过10%，20%，30%，即

当 $X>3\%$ 时， $Y_c<10\%$ ；

$0.2\%<X<3\%$ 时， $Y_c<20\%$ ；

$X<0.2\%$ 时， $Y_c<30\%$ 。

11 废物处理

实验过程中产生的废渣和废液，应置于密闭容器中分类保管，并送有资质的单位无害化处理。

附 录 A
(资料性附录)
仪器测试条件

本实验采用电感耦合等离子体发射光谱仪进行测定分析，每款仪器具体条件会有不同，可根据具体情况调节，参考测试条件如下：

光源：氩等离子体光源，射频功率1150 W；

氩气压力：0.6 Mpa ~0.8 Mpa；

泵速：每分钟50转；

室温：20 ℃ ±3 ℃；

辅助气体流量：0.2 L/min；

雾化器流量：0.8 L/min；

观测高度：14 cm；

选用标准曲线法，选择仪器测定参数中的“线性，计算截距”选项。
