



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 14506.21—93

---

## 硅酸盐岩石化学分析方法 氢氧化铵-氯化铵-磺基水杨酸-丁二肟 底液极谱法同时测定镍量和钴量

Silicate rocks—Determination of nickel and cobalt content  
—Ammonium hydroxide-ammonium chloride-sulfosalicylic  
acid-dimethyl glyoxime medium polarographic method

1993-06-19 发布

1994-02-01 实施

---

国家技术监督局 发布

# 中华人民共和国国家标准

## 硅酸盐岩石化学分析方法 氢氧化铵-氯化铵-磺基水杨酸-丁二肟 底液极谱法同时测定镍量和钴量

GB/T 14506.21-93

Silicate rocks—Determination of nickel and cobalt content  
—Ammonium hydroxide-ammonium chloride-sulfosalicylic  
acid-dimethyl glyoxime medium polarographic method

### 1 主题内容与适用范围

本标准适用于黑云母花岗岩、流纹岩、花岗闪长岩、石英角闪安山岩、橄榄玄武岩、辉长岩、粗安岩、霓霞正长岩、砂岩、页岩以及其他成分相近的硅酸盐岩石中镍和钴的测定。

测定范围：5~200 $\mu\text{g/g}$  镍和钴。

本标准遵守 GB/T 14505 的规定。

### 2 引用标准

GB/T 14505 岩石和矿石化学分析方法 总则及一般规定

GB/T 14506.1 硅酸盐岩石化学分析方法 重量法测定吸附水量

### 3 方法提要

在 pH8~9 的氢氧化铵-氯化铵缓冲溶液中，以磺基水杨酸络合铁、铝、钛等元素，从而避免了大量氢氧化物对微量镍、钴的吸附，加入少量丁二肟后，镍、钴产生灵敏的吸附催化电流，借以进行微量镍和钴的极谱测定。镍和钴的峰电位分别约为 -1.03V 和 -1.18V (对饱和甘汞电极)。镍和钴的含量在 0.2~10.0 $\mu\text{g}/25\text{mL}$  之间时，峰高与浓度呈线性关系。

试样的前处理可以用两种方法：其一是试样用盐酸-硝酸-氢氟酸分解，硫酸或高氯酸冒烟后，用盐酸提取。其二是试样经碱熔融，水提取，滤出氢氧化物后，用盐酸溶解，然后进行极谱测定。

在测定条件下，当 25mL 体积中含镍和钴各 1 $\mu\text{g}$  时，分别加入 500 $\mu\text{g}$  锰，250 $\mu\text{g}$  二氧化钛，200 $\mu\text{g}$  锌，50 $\mu\text{g}$  铜、铅，10 $\mu\text{g}$  钒、砷(Ⅲ或Ⅴ)、铈、铋、锡，5 $\mu\text{g}$  铬、铟、镉、铊、铀，2 $\mu\text{g}$  钨，1 $\mu\text{g}$  钼，5mg 铁，10mg 铝时，均不影响镍和钴的测定。镍与钴之比为 1:12 和 50:1 时。相互不干扰。

### 4 试剂

- 4.1 过氧化钠。
- 4.2 氢氧化钠。
- 4.3 氢氧化钠溶液(1%)。
- 4.4 盐酸( $\rho$ 1.19/mL)，优级纯。
- 4.5 盐酸(1+1)。
- 4.6 盐酸(1+99)。

国家技术监督局 1993-06-19 批准

1994-02-01 实施