

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 556.13—2011

锑精矿化学分析方法 第 13 部分：镍量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of antimony concentrates—
Part 13: Determination of nickel content—
Flame atomic absorption spectrometric method

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

前 言

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

YS/T 556《锑精矿化学分析方法》共有 16 个部分：

- 第 1 部分：锑量的测定 硫酸铈滴定法；
- 第 2 部分：砷量的测定 溴酸钾滴定法；
- 第 3 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 4 部分：湿存水量的测定 重量法；
- 第 5 部分：锌量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 6 部分：硒量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 7 部分：汞量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 8 部分：硫量的测定 燃烧中和法；
- 第 9 部分：金量的测定 火试金法；
- 第 10 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 11 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 12 部分：铋量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 13 部分：镍量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 14 部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 16 部分：铅、锌、铜、镉、镍量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 YS/T 556 的第 13 部分。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位：锡矿山闪星锑业有限责任公司、北京矿冶研究总院。

本部分起草单位：广州有色金属研究院。

本部分参加起草单位：北京矿冶研究总院、锡矿山闪星锑业有限责任公司。

本部分主要起草人：戴凤英、刘天平、麦丽碧、刘春峰、吴东华、汤淑芳、宋应球、于力。

锑精矿化学分析方法

第 13 部分:镍量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

YS/T 556 的本部分规定了锑精矿中镍量的测定方法。

本部分适用于锑精矿中镍量的测定。测定范围为 0.002 0%~0.10%。

2 方法提要

试料用盐酸、硝酸溶解,加氢溴酸挥发除锑,在硝酸介质中,用空气-乙炔火焰于原子吸收光谱仪波长 232.0 nm 处测量镍的吸光度。以标准曲线法计算镍量。

3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.1 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。

3.2 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

3.3 氢溴酸($\rho=1.48$ g/mL)。

3.4 混合酸:3 体积盐酸与 1 体积硝酸混合。

3.5 镍标准溶液:

3.5.1 镍标准贮存溶液:称取 0.500 0 g 金属镍($w_{\text{Ni}}\geq 99.95\%$)置于 150 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(3.2),盖上表皿,低温加热至完全溶解,取下冷却。移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含镍 1 mg。

3.5.2 镍标准溶液:移取 10.00 mL 镍标准贮存溶液(3.5.1)于 100 mL 容量瓶中,加入 2 mL 硝酸(3.2),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含镍 100 μg 。

4 仪器

原子吸收光谱仪,附镍空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用:

——灵敏度:特征浓度为 0.055 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

——精密密度:用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%;用最低浓度的标准溶液(不是“零”浓度溶液)测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%。

——工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成五段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比,应不小于 0.7。

原子吸收光谱仪的参考工作条件: