



# 中华人民共和国国家标准

GB 6730.40—86

---

## 铁矿石化学分析方法 极谱法测定镍量

Methods for the chemical analysis of iron ores  
The polarography method for the  
determination of nickel content

1986-08-19 发布

1987-08-01 实施

---

国家标准局 发布

中华人民共和国国家标准

铁矿石化学分析方法  
极谱法测定镍量

UDC 622.341.1  
: 543.06

GB 6730.40—86

Methods for the chemical analysis of iron ores  
The polarography method for the  
determination of nickel content

代替 GB 1380—78

本标准适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中镍量的测定。测定范围0.0050~0.100%。  
本标准遵守GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

## 1 方法提要

在 $5.34 \times 10^{-5}$  mol/l 砷(Ⅲ) - 0.3 mol/l 硫氰酸钾 - 0.5 mol/l 硫酸 - 1% 抗坏血酸底液中, 镍在(经典极谱) 滴汞电极上, 于 - 0.5 ~ - 1.10V (对银电极) 间产生良好的极谱波。1 ~ 7  $\mu$ g 镍 / 50ml 范围内波高与浓度呈线性关系。

试样分解后, 在氨性柠檬酸溶液中, 用三氯甲烷萃取镍-丁二酮络合物, 使与钴、铋、砷、铌、钨、锰等干扰元素分离。再用稀硫酸将镍反萃取入水相, 最后在上述底液中进行极谱测定。

## 2 试剂

- 2.1 盐酸羟胺。
- 2.2 硫酸 (1 + 1)。
- 2.3 硫酸 (5 mol/l)。
- 2.4 硫酸 (1 + 50)。
- 2.5 盐酸 ( $\rho$ 1.19g/ml)。
- 2.6 盐酸 (1 + 1)。
- 2.7 氢氟酸 ( $\rho$ 1.15g/ml)。
- 2.8 高氯酸 ( $\rho$ 1.67g/ml)。
- 2.9 三氯甲烷。
- 2.10 氢氧化铵 ( $\rho$ 0.9g/ml)。
- 2.11 氢氧化铵 (1 + 30)。
- 2.12 抗坏血酸溶液 (10%) : 用时现配。
- 2.13 柠檬酸溶液 (20%)。
- 2.14 硫氰酸钾溶液 (3 mol/l)。
- 2.15 丁二酮肟乙醇溶液 (1%)。
- 2.16 溴麝香草酚蓝 (溴百里酚蓝) 溶液 (0.1%) : 称取0.1g溴麝香草酚蓝溶于20ml乙醇中, 用水稀释至100ml, 混匀。
- 2.17 砷(Ⅲ) 溶液:
  - 2.17.1 称取6.9358g亚砷酸钠, 置于烧杯中, 用水溶解后, 移入1000ml容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液1ml含4mg砷(Ⅲ)。
  - 2.17.2 移取25.00ml砷溶液(2.17.1), 置于1000ml容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液

国家标准局1986-08-19发布

1987-08-01实施