

技术方法

原子吸收分光光度法快速测定红土镍矿中镍

司银奎, 申世伟

(山东省第八地质矿产勘查院, 山东日照 276826)

摘要:试样经烘干处理后,利用酸溶法或碱融法制备稳定的分析溶液,然后利用原子吸收分光光度计于波长 232.0 nm 处,随同标准曲线测量镍含量,此方法简单、快捷,所选分析线干扰小、灵敏度高,稳定性和准确度均满足要求。

关键词:红土镍矿;原子吸收;分光光度计;精密度;准确度

中图分类号:TG115.3⁺35;P618.63

文献标识码:B

我国自 2006 年起开始大量进口红土镍矿,至今进口量已达 1 亿 t 以上,且逐年递增。由于国内国际均没有统一的红土镍矿检验标准,在近几年的红土镍矿进口贸易中,各家使用不同检测手段与方法,时常因镍矿的品质检测差异较大等问题产生争议。因此,确认一种快速稳定的镍元素检测方法有较强的现实意义。传统的化学分析方法操作繁琐,分析速度慢,消耗试剂多,精密度差,难以满足进口商检和生产需要。笔者在近几年的工作中,对红土镍矿检测过程反复实验总结,得出一种快速、稳定、准确的检测方法。此检验方法要求条件一般,有原子吸收的中小实验室即可做到^[1]。

1 实验部分

1.1 主要仪器和工作条件

原子吸收分光光度计 TAS-986(北京普析通用仪器有限公司),仪器工作条件见表 1。

表 1 仪器工作条件

波长 (nm)	光谱通带 (nm)	燃气流量 (mL/min)	灯电流 (mA)
232.0	0.2	1400	4

1.2 主要试剂

盐酸 1.19 g/mL;硝酸 1.42 g/mL;过氧化钠(铁盒包装粉末状);氢氧化钠。以上所用试剂均为分析纯,配制溶液所用水均应符合国标规定的三级水要求^[2]。

1.3 标准曲线的绘制

镍标准溶液 1 000 $\mu\text{g/mL}$:称取 1.000 0 g 金属镍(>99.9%)放于 150 mL 烧杯中,加入 30 mL 硝酸溶液(1+1),盖上表面皿,加热溶解完全后,冷却至室温,洗净表面皿,移入 1 000 mL 容量瓶中,水稀释至刻度,摇匀,此溶液浓度为 1 000 $\mu\text{g/mL}$,作为贮备液保存^[3]。

镍标准溶液 100 $\mu\text{g/mL}$:用移液管准确量取 50 mL 镍标准贮备液于 500 mL 容量瓶中,加入 7.5 mL 硝酸,水洗稀至刻度,摇匀。分别取 0 mL,1 mL,3 mL,5 mL,7 mL 镍标准溶液(100 $\mu\text{g/mL}$)于 100 mL 容量瓶中,加入盐酸 4 mL,水稀释至刻度,摇匀,和样品同条件测定,绘制标准曲线。

1.4 试样的处理和测定

(1)准确称取 0.100 0 g 试样于 150 mL 锥形瓶中,加入 15 mL 盐酸,在低温电热板上加热溶解,待试液微沸后加入 5 mL 硝酸,以除去微量的碳及有机物,蒸至湿盐状取下,冷却,加入 10 mL 盐酸,用水冲洗杯壁,加水约 20 mL,置电热板上加热至微沸溶解盐类。取下冷至室温,定容于 250 mL 容量瓶中,摇匀。静置至不溶物沉淀完全。于原子吸收分光光度计上测定镍含量。

(2)准确称取 0.100 0 g 试样于高铝坩埚中(随同样品做空白试验),加入 1 g 过氧化钠,混匀,然后再覆盖少许氢氧化钠,放于已升温至 600℃ 的马弗炉里,熔融 10 min,取出充分冷却后,放入 250 mL

* 收稿日期:2011-03-07;修订日期:2011-06-09;编辑:曹丽丽

作者简介:司银奎(1972—),男,山东日照人,工程师,主要从事地矿产品检测工作;E-mail:s3890105@sohu.com。

烧杯中,加入 50 mL 热水,提取熔融物,待反应停止后,加入 15 mL 浓盐酸,洗出坩埚,冷却至室温,定容于 250 mL 容量瓶中,摇匀。稍微静置稳定,以空白溶液为背景,在(1)所述的条件下测定镍含量。

2 结果与讨论

2.1 准确度与精密度

(1)镍检测的精密度控制,取不同含量的试样,每一样品分析 7 次,重复分析相对偏差按 DZ/T0130-2006 规定 $Y_c = C \times (14.37\bar{X}^{0.1263} - 7.659)$ 标准计算,镍矿的相对偏差允许限系数 C 为 0.67,经统计测试精密度均符合要求,统计结果见表 2^[4]。

表 2 镍检测精密度统计

样品标识	测定值 % (n=7)	相对偏差 % (n=7)	相对偏差 允许限 Y_c
1 号	0.87,0.91,0.90,	3.33,1.11,0.00,	4.63
	0.89,0.93,0.91,	1.11,3.33,1.11,	
	0.88	2.22	
2 号	1.52,1.52,1.47,	2.01,2.01,1.34,	4.02
	1.47,1.48,1.50,	1.34,0.67,0.67,	
	1.48	0.67	
3 号	2.10,2.03,2.03,	2.94,0.49,0.49,	3.66
	2.05,2.04,2.05,	0.49,0.00,0.49,	
	2.01	1.47	

(2)镍检测的准确度控制,分别取 7 份编号为 YSBC28754-06 和 YSBC28755-06 红土镍矿标样(又名高铬镍铁矿标样)与样品同时分析,分析结果准确度按 DZ/T0130-2006 规定 $Y_b = \frac{1}{\sqrt{2}} Y_c$ 标准计算,经统计测试准确度均合格,统计结果见表 3。

表 3 镍检测准确度统计

标样编号	平均值 % (n=7)	推荐值 %	RE %	相对误差 允许限 Y_b
YSBC28754-06	1.70	1.68	1.19	2.75
YSBC28755-06	0.84	0.86	2.32	3.31

2.2 仪器条件控制

(1)如果试样中镍含量很高,信号灵敏很强,超

出标准系列上限,可以将燃烧头适当偏转,从而增加测量过程的稳定性。

(2)由于镍元素谱线较为复杂,当狭缝宽度增大时光谱通带增大,在共振线附近有其他非吸收线的发射和背景发射,这些辐射不被吸收,使得吸收值相对减小,曲线向浓度轴弯曲,导致灵敏度下降。所以在选择光谱通带时要在比测量其他元素更小的狭缝宽度下进行,该实验中选择 0.2 nm 较为理想。这样可以得到较好的校正曲线和讯噪比,曲线类型选择二次曲线较好。

2.3 样品条件控制

红土镍矿常被称作“海绵矿”,其属性极易吸水,进口贸易中到货的红土镍矿水分基本含量在 30%~40%之间,要在 105℃ 彻底烘干后才能制样,而且要快速进入干燥器保存,如果隔日测量,要重新烘干样品。

3 结语

很多岩矿分析实验规程在试样分解、溶液制备的过程中出现矫枉过正的现象,如过多的试剂加入,过多的加热、蒸干、沉淀及分离步骤,虽然保证了试样的完全分解和杂质元素的去除,但是也带进多种试剂杂质及操作中的不稳定因素,既浪费时间又不能保证最佳准确度、精密度。该方法根据红土镍矿特有的成矿特性,采用快速溶矿方法,能够保证镍元素完全溶解;利用分析仪器较好的灵敏度,能够消除杂质干扰,从而满足测试准确度、精密度要求。和经典分析方法相比较有异工同曲之妙。

参考文献:

- [1] 李连仲,马光祖,王家圻,等.岩石矿物分析[M].北京:地质出版社,1991.
- [2] GB/T6682-92.分析化学实验室用水的规格及试验方法[S].1992.
- [3] 陈必友,李启华,黄显铭,等.工厂分析化验手册[M].北京:化学工业出版社,2008.
- [4] ZT0130-2006.地质矿产实验室测试质量管理规范[S].2006.

Rapid Measurement of Nickel in Red Clay Nickel Deposit by Using Atom Absorption Method

Si Yinkui, SHEN Shiwei

(No. 8 Exploration Institute of Geology and Mineral Resources, Shandong Rizhao 276826, China)

Abstract: After the sample have been dried, by using acid or alkali method to prepare stable solution for a-analysis, using atomic absorption spectrophotometer at 232.0nm wave length, along with the standard curve, nickel content is measured. This method is simple and fast. Lines selected for analysis have little interference and high sensitivity, and its stability and accuracy can meet the requirements as well.

Key word: Red clay nickel deposit; rapid atom absorb spectrophotometer; precision; accuracy