



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 341.1—2006
代替 YS/T 341—1994

镍精矿化学分析方法 镍量的测定 丁二酮肟沉淀分离 EDTA 滴定法

Methods for chemical analysis of nickel concentrates
—Determination of nickel content
—Dimethylglyoxime precipitate separation—EDTA titration method

2006-03-07 发布

2006-08-01 实施

国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准由三部分组成：

YS/T 341.1—2006 镍精矿化学分析方法 镍量的测定

YS/T 341.2—2006 镍精矿化学分析方法 铜量的测定

YS/T 341.3—2006 镍精矿化学分析方法 氧化镁量的测定

本部分为第 1 部分。

本部分是对 YS/T 341—1994 镍精矿化学分析方法中镍的分析方法的修订。

本部分与 YS/T 341—1994 镍精矿化学分析方法中镍的分析方法相比较主要有如下变化：

——测定范围由 2%~8% 扩展为 2%~20%；

——沉淀时掩蔽剂柠檬酸钠的用量由 10 mL 增加为 15 mL。

本部分代替 YS/T 341—1994 中镍量的测定。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由金川集团有限公司负责起草。

本部分由北京矿冶研究总院、广州有色金属研究院参加起草。

本部分主要起草人：刘海东、喻生洁、林秀英、王小阳、吕庆成。

本部分主要验证人：于力、汤淑芳、荣惠萱、张永进、戴凤英、岳伟。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本部分的历次发布的标准版本：

——YB 743—70；YS/T 341—1994。

镍精矿化学分析方法 镍量的测定

丁二酮肟沉淀分离 EDTA 滴定法

1 范围

本部分规定了镍精矿中镍含量的测定方法。

本部分适用于镍精矿中镍含量的测定。测定范围:2%~20%。

2 方法提要

试料用盐酸、硝酸、硫酸分解,用柠檬酸钠做掩蔽剂,丁二酮肟沉淀分离镍,用盐酸(2+1)溶解沉淀。用氨水调节试液 pH 约为 5,加入硫代硫酸钠溶液,再调节 pH 为 8~9,加入紫脲酸铵指示剂,用 EDTA 标准滴定溶液滴定镍量。

3 试剂

3.1 氟化铵。

3.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.4 氨水(ρ 0.90 g/mL)。

3.5 盐酸(1+1)。

3.6 盐酸(2+1)。

3.7 硝酸(1+1)。

3.8 硫酸(1+1)。

3.9 氨水(1+1)。

3.10 柠檬酸钠溶液(300 g/L)。

3.11 氯化铵溶液(300 g/L)。

3.12 丁二酮肟乙醇溶液(10 g/L)。

3.13 硫代硫酸钠溶液(200 g/L)。

3.14 紫脲酸铵指示剂:称取 0.1 g 紫脲酸铵与 10 g 氯化钠研细混匀。

3.15 镍标准溶液:准确称取 1.000 0 g 金属镍($\geq 99.99\%$),于 500 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(3.7),盖上表皿,加热溶解至(3~5)mL。加入 10 mL 硫酸(3.8)蒸发至白烟冒尽,取下冷却。加入 5 mL 盐酸(3.5),用水吹洗表皿及杯壁,加热使盐类溶解,冷却至室温后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水吹洗表皿及杯壁,洗液并入容量瓶中,以水定容。此溶液 1 mL 含 1 mg 镍。

3.16 EDTA 标准滴定溶液[$c(\text{H}_2\text{Y}^{2-})=0.02 \text{ mol/L}$]。

配制:称取 EDTA($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}_8\text{N}_2\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)7.4 g 于 500 mL 烧杯中,加水约 200 mL,加热溶解,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水定容,放置 24 h 后进行标定。

标定:分别移取 20.00 mL 镍标准溶液(3.15)4 份,于 500 mL 三角烧杯中,加水至 100 mL 左右,滴加氨水(3.4)调至 pH8~pH9,加入约 0.2 g 紫脲酸铵指示剂(3.14),用上述 EDTA 标准滴定溶液滴定至橙红色,加入 8 mL 氨水(3.9)继续滴定溶液出现稳定的玫瑰红色为终点。平行标定 4 份,所消耗的 EDTA 标准滴定溶液体积的极差不超过 0.10 mL,取其平均值。

按式(1)计算 EDTA 标准滴定溶液对镍的滴定系数: