



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 341.3—2006
代替 YS/T 341—1994

镍精矿化学分析方法 氧化镁量的测定 EDTA 滴定法

Methods for chemical analysis of nickel concentrates
—Determination of magnesia content
—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 3 部分。

本部分是对 YS/T 341—1994《镍精矿化学分析方法》中氧化镁分析方法的修订。

本部分与 YS/T 341—1994《镍精矿化学分析方法》中氧化镁分析方法比较主要有如下变化：

——测定范围由 5%~40%调整为 4%~25%；

——样品分解方法由氢氧化钠熔融法改为酸溶法；

——指示剂由用酸性铬兰 K-萘酚绿 B 混合指示剂分别指示 EDTA 滴定氧化钙、氧化镁含量的终点和氧化钙的终点，改为用钙羧酸指示剂指示 EDTA 滴定氧化钙终点，用铬黑 T 指示剂指示 EDTA 滴定氧化钙和氧化镁含量终点。

本部分代替 YS/T 341—1994 中氧化镁的测定。

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、杨秀萍、吕庆成、朱玉强。

本部分主要验证人：姜求韬、阮桂色、麦丽碧、戴凤英、詹浩。

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

氧化镁量的测定 EDTA 滴定法

1 范围

本部分规定了镍精矿中氧化镁含量的测定方法。

本部分适用于镍精矿中氧化镁含量的测定。测定范围:4%~25%。

2 方法提要

试料用硝酸、氢氟酸、高氯酸分解,用六次甲基四胺、二乙胺基二硫代甲酸钠(铜试剂)沉淀分离大量共存金属离子,在 pH10 时,以铬黑 T 作指示剂,用 EDTA 标准滴定溶液滴定氧化钙和氧化镁;在 pH12 时,以钙羧酸作指示剂,用 EDTA 标准滴定溶液滴定氧化钙,用差减法求得氧化镁含量。

3 试剂和材料

- 3.1 氢氟酸(ρ 1.15 g/mL)。
- 3.2 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。
- 3.3 盐酸(1+1)。
- 3.4 硝酸(1+1)。
- 3.5 氨水(1+1)。
- 3.6 六次甲基四胺溶液(300 g/L)。
- 3.7 二乙胺基二硫代甲酸钠(铜试剂)(200 g/L)。
- 3.8 氢氧化钾溶液(200 g/L)。
- 3.9 缓冲溶液(pH10):称取 200 g 氯化铵溶于水,加入 1 620 mL 氨水(ρ 0.90 g/mL),以水稀释至 3 000 mL。
- 3.10 钙羧酸指示剂:称取 0.2 g 钙羧酸指示剂、20 g 硫酸钾置于研钵中研细,置于磨口瓶,保存于干燥器中。
- 3.11 铬黑 T 指示剂溶液:称取 0.25 g 铬黑 T,溶于 100 mL 三乙醇胺(1+3)溶液中。
- 3.12 氧化钙标准溶液:称取 1.784 8 g 碳酸钙(\geq 99.90%,经 105℃~110℃烘干并在干燥器中冷却至恒重),置于 250 mL 烧杯中,加水约 40 mL,缓慢滴加盐酸(3.3)使其溶解,盖上表皿,低温加热煮沸,驱除二氧化碳,冷却至室温,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 氧化钙。
- 3.13 氧化镁标准溶液:称取 1.000 0 g 氧化镁(\geq 99.90%,经 800℃灼烧并恒重),置于 250 mL 烧杯中,以水润湿,加入 10 mL 盐酸(3.3),盖上表皿,加热溶解,冷却至室温,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 氧化镁。
- 3.14 EDTA 标准滴定溶液[$c(\text{H}_2\text{Y}^{2-})=0.01 \text{ mol/L}$]。

配制:称取 EDTA($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}_8\text{N}_2\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)3.7 g,置于 500 mL 烧杯中,加水约 200 mL,加热溶解,冷却至室温后移入 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 10.00 mL 氧化钙标准溶液(3.12)四份于四个 500 mL 三角烧杯中,加入 3 mL 氧化镁标准溶液(3.13),用水稀释至约 100 mL,加入 10 mL 氢氧化钾溶液(3.8),约 0.1 g 钙羧酸指示剂(3.10),立即用上述 EDTA 标准滴定溶液滴定至终点。平行标定四份,所消耗的 EDTA 标准滴定溶液