

ICS 77.100  
H 11



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 30072—2013

GB/T 30072—2013

## 镍铁 镍含量的测定 EDTA 滴定法

Ferronickel—Determination of nickel content—EDTA titrimetric method

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
镍铁 镍含量的测定 EDTA 滴定法  
GB/T 30072—2013

\*  
中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)  
网址 www.spc.net.cn  
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235  
读者服务部:(010)68523946  
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*  
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字  
2014年3月第一版 2014年3月第一次印刷

\*  
书号: 155066·1-48246 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68510107



GB/T 30072-2013

2013-12-17 发布

2014-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由全国生铁及铁合金标准化技术委员会(SAC/TC 318)归口。

本标准起草单位:四川川投峨眉铁合金(集团)有限责任公司。

本标准主要起草人:方艳、唐华应、周飞虹、刘惠丽。

## 8 分析结果的计算

按式(3)计算试样中镍含量(质量分数) $\omega(\text{Ni})$ ,数值以%表示:

$$\omega(\text{Ni})(\%) = \frac{c[(V_5 - kV_6) - (V_7 - kV_8)] \times 58.69}{m \times r \times 1000} \times 100 - \frac{58.69}{63.54} \times \text{Cu}\% - \frac{58.69}{58.93} \times \text{Co}\% \quad \dots(3)$$

式中:

- $c$  —— EDTA 标准溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- $V_5$  —— 试样溶液中加入 EDTA 标准溶液体积,单位为毫升(mL);
- $k$  —— 换算系数,即 1 mL 硫酸铜标准滴定溶液相当于 EDTA 标准溶液的毫升数;
- $V_6$  —— 滴定试样时消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- $V_7$  —— 空白溶液中加入 EDTA 标准溶液体积,单位为毫升(mL);
- $V_8$  —— 滴定空白时消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- 58.69 —— 镍的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);
- $m$  —— 试料量,单位为克(g);
- $r$  —— 试液的稀释分取比;
- 63.54 —— 铜的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);
- $\text{Cu}\%$  —— 试样中铜的质量分数。可用 GB/T 24198 或 GB/T 24585 及其他可靠的方法分析确定;
- 58.93 —— 钴的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);
- $\text{Co}\%$  —— 试样中钴的质量分数。可用 GB/T 24198 或 GB/T 24585 及其他可靠的方法分析确定。

## 9 允许差

分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2 允许差

镍含量(质量分数)/%	允许差
12.00~35.00	0.25
>35.00~55.00	0.35
>55.00~85.00	0.45

## 10 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- 鉴别试料、实验室和分析日期等资料;
- 遵守本标准规定的程度;

## 镍铁 镍含量的测定 EDTA 滴定法

警告:使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

## 1 范围

本标准规定了用 EDTA 滴定法测定镍铁中的镍含量。

本标准适用于镍铁中镍含量的测定。测定范围(质量分数):12.00%~85.00%。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 24585 镍铁 磷、锰、铬、铜、钴和硅含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

GB/T 24198 镍铁 镍、硅、磷、锰、钴、铬和铜含量的测定 波长色散 X-射线荧光光谱法(常规法)

GB/T 25050 镍铁锭或块 成分分析用样品的采取

GB/T 25051 镍铁颗粒 成分分析用样品的采取

## 3 原理

试料用硝酸-盐酸,硅高的试料加氢氟酸助溶,高氯酸冒烟分解。在微酸性溶液中用氟化物掩蔽铁、铝、钛,六偏磷酸钠掩蔽锰。加入过量的 EDTA,在 pH 为 4.6 以 PAN 为指示剂,用铜标准滴定溶液滴定过量的 EDTA 后,根据铜标准滴定溶液的消耗量计算出试样中镍、铜、钴的合量,用数学校正法扣除铜量、钴量,计算出试样中镍的质量分数。

## 4 试剂和材料

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与其纯度相当的水。

4.1 氟化铵,固体。

4.2 盐酸羟胺,固体。

4.3 硝酸, $\rho=1.42$  g/mL。

4.4 盐酸, $\rho=1.19$  g/mL。

4.5 高氯酸, $\rho=1.67$  g/mL。

4.6 氢氟酸, $\rho=1.15$  g/mL。

4.7 氨水, $\rho=0.90$  g/mL。

4.8 盐酸,1+1。

4.9 乙酸-乙酸钠缓冲溶液,pH=4.6。称取 144 g 无水乙酸钠,溶解于 500 mL 水中,加入 115 mL 冰乙