

doi:10.3969/j.issn.2095-1035.2020.05.016

返滴定法测定含镍锌物料中的锌含量

王蕾^{1,2} 范丽新^{1,2}

(1. 北矿检测技术有限公司, 北京 102628;

2. 金属矿产资源评价与分析检测北京重点实验室, 北京 102628)

摘要 使用盐酸-硝酸-硫酸将试样溶解,并在氨性条件下过滤,沉淀分离大量共存元素,加入掩蔽剂掩蔽滤液中的干扰元素,在 pH = 5.5~6.0 的缓冲溶液中,选用二甲酚橙作为指示剂,加入过量的 EDTA 标准滴定溶液,静置使之与溶液中的镍、锌等金属离子充分络合,用氯化锌标准滴定溶液滴定过量的 EDTA。测得结果为锌、镉、镍含量,扣除镉、镍量,即为锌量。用来测定含镍锌物料中的锌,其结果的相对标准偏差(RSD, $n=11$)为 0.21%~0.87%,加标回收率为 99.0%~102%,满足日常检测需求。

关键词 返滴定法;含镍锌物料;锌

中图分类号:O655.2 文献标志码:A 文章编号:2095-1035(2020)05-0067-06

Determination of Zinc Content in Nickel & Zinc Containing Materials by Return Titration Method

WANG Lei^{1,2}, FAN Lixin^{1,2}

(1. BGRIMM MTC Technology Co. Ltd., Beijing 102628 China;

2. Beijing Key Laboratory for Evaluation and Testing of Metallic Mineral Resources, Beijing 102628 China)

Abstract The sample was dissolved with hydrochloric acid-nitric acid-sulfuric acid, and it was filtered under the ammoniac condition. Some coexisting elements could be separated as precipitation. Adding some masking agent into the filtrate could mask the particular interference elements. In the buffer solution of pH = 5.5—6.0, excessive EDTA standard titration solution was added with some xylenol orange as an indicator, and standing it until the metal ions such as nickel, zinc were completely reacted with EDTA. Using zinc chloride standard titrate solution back titrated the excessive EDTA. The measured results contained the amount of zinc, cadmium and nickel, and got the amount of zinc by deducting the amount of cadmium and nickel. The proposed method was used for the determination of zinc content in nickel & zinc containing materials. The relative standard deviation (RSD, $n = 11$) was 0.21%—0.87%, and the recovery of the method was 99.0%—102%. This method can meet the requirements of daily analysis.

Keywords back titration method; nickel & zinc containing materials; zinc

收稿日期:2020-03-18 修回日期:2020-04-10

基金项目:国家重大科学仪器设备开发重点专项(2016YFF0102500)

作者简介:王蕾,女,助理工程师,主要从事金属、矿石中无机元素的分析研究。E-mail:wangleis0417@163.com

本文引用格式:王蕾,范丽新. 返滴定法测定含镍锌物料中的锌含量[J]. 中国无机分析化学, 2020, 10(5): 67-72.

WANG Lei, FAN Lixin. Determination of Zinc Content in Nickel & Zinc Containing Materials by Return Titration Method[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2020, 10(5): 67-72.

前言

锌作为一种重要的有色金属原材料,具有良好的理化性质,锌金属及其化合物用途非常广泛,但中国锌矿资源储量有限^[1],可以提取出金属锌的含锌物料引起了人们的关注。

目前 EDTA 滴定法广泛应用于常量锌的测定分析^[2-4],国家标准方法主要考虑了铁锰铅等元素的干扰。而随着原料的日趋复杂化,二次资源的再利用工艺研究日趋完善,准确测定原料中的锌量在生产工艺中显得十分重要。含锌物料种类繁多,如锌镉渣、锌镍渣、锌钴渣等,它们除含锌外还有大量杂质元素,这些元素会影响锌的测定。如镍在氨性条件下形成络氨离子会与锌一起进入待滴定溶液,会与 EDTA 发生络合反应,并且镍还会封闭指示剂影响滴定终点的判断从而导致结果不准确。因此研究复杂组成物料中锌量的测定方法对指导生产和服务市场交易具有重要的意义。

本文主要研究镍元素对锌含量测定的影响,现有文献中关于镍元素的干扰消除研究还比较少,主要是将镍元素进行掩蔽^[5]或使用强碱沉淀分离^[6]、丁二酮肟沉淀分离^[7]的方法消除镍的影响。而返滴定法测定镍青铜中的锌元素^[8]针对的样品比较单一,只是考虑了铜和镍的影响,对其他元素未作考虑无法广泛应用于含镍锌物料中。本方法在分离其他杂质的基础上,使用返滴定方法消除了镍的影响,从而能够准确地测定含镍锌物料中锌的含量。

1 实验部分

1.1 试剂

锌标准溶液(5.0 mg/mL):准确称取金属锌($\omega_{\text{Zn}} \geq 99.99\%$)5.000 0 g 置于 400 mL 烧杯中,低温溶于 100 mL 盐酸(1+1)中,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

锌标准滴定溶液(2.5 mg/mL):称取 2.500 0 g 金属锌($\omega_{\text{Zn}} \geq 99.99\%$)于 250 mL 烧杯中,低温溶于 100 mL 盐酸(1+1)中,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

镍标准溶液(5 mg/mL):称取 5.000 0 g 金属镍($\omega_{\text{Ni}} \geq 99.99\%$)于 400 mL 烧杯中,低温溶于 100 mL 硝酸(1+1)中,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

洗涤液:取 10 g 氯化铵固体溶于 500 mL 温水中,加入约 1 mL 氨水,摇匀。

乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH 值为 5.5~6.0):称取三水合乙酸钠 400 g 溶于水中,将 36 mL 乙酸加入其中,用水稀释至体积为 2 000 mL,摇匀备用。

氟化铵溶液(200 g/L)、硫酸铁储备溶液(10 g/L)、过硫酸铵溶液(200 g/L,现用现配)、过氧化氢(30%)、甲基橙指示剂(0.5 g/L)、氯化钾溶液(200 g/L)、二甲酚橙指示剂(5 g/L)、硫代硫酸钠溶液((100 g/L)。

Na_2EDTA 标准滴定溶液(约为 0.05 mol/L):称取 37.2 g Na_2EDTA 溶于温水中,冷却至室温,后将溶液转移到 2 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀后放置 3 d 以上再标定。

Na_2EDTA 标准滴定溶液的标定:准确称取金属锌($\omega_{\text{Zn}} \geq 99.99\%$)0.10 g(精确到 0.000 1 g)置于 250 mL 烧杯中,加入约 10 mL 盐酸(1+1),盖上表皿,在电热板上低温加热至完全溶解后取下,稍冷,加入 20 mL 水、1 mL 硫酸铁储备溶液,按实验方法进行过滤和调样,加入 2 滴二甲酚橙指示剂(5 g/L),用 Na_2EDTA 标准滴定溶液滴定至溶液恰好由紫红色变为亮黄色即为滴定终点。与标定同步进行空白实验。

1.2 实验方法

1.2.1 溶解样品

称取 0.20 g(精确到 0.000 1 g)试样置于 250 mL 烧杯中,加少量水润湿(如果样品中含硅较高,加入 1~2 mL 氟化铵溶液),加入 10 mL 盐酸,加盖表皿低温溶解驱赶硫化氢 5~10 min,加入 5 mL 硝酸至试料完全分解,取下稍冷。

当铅量小于 10 mg 时,加入 5 mL 硫酸(1+1),继续加热至呈湿盐状(如果样品中含较高的碳,加入 2~3 mL 高氯酸,继续加热至呈湿盐状)取下放冷。加入 20 mL 硫酸(1+9),加热至盐类完全溶解,稍冷,用水吹吸表皿及杯壁并稀释体积至约 60 mL。当铅量大于 10 mg 时,加入 5 mL 硫酸继续加热至冒浓白烟且出现硫酸烟回流,取下冷却。将表皿及杯壁用水吹洗,并将溶液体积稀释至 50 mL 左右,加热微沸至体积为 30 mL,冷却至室温并静置 1 h 以上。过滤时使用慢速定量滤纸,先使用硫酸(2+98)洗涤烧杯 2 次、沉淀 4 次,然后用水将烧杯和沉淀各洗 1 次,用 250 mL 烧杯承接滤液。

1.2.2 过滤及调样

向上述溶液中加入 3~5 g 氯化铵固体、5 mL 过硫酸铵(200 g/L)溶液,加入氨水中和至沉淀不再增加后再加入 10 mL 过量的氨水(若溶液中铁含量较低,应补加适量硫酸铁储备溶液,使溶液中含铁量

约为 20 mg),加热溶液并保持微沸 1~2 min,在中速定性滤纸上趁热过滤,然后用热的洗涤液洗涤烧杯 2 次、洗涤沉淀 3 次,用 400 mL 烧杯承接滤液。

用热的洗涤液把沉淀洗入原烧杯中,向其中加入 2~3 mL 盐酸(1+1)混匀,使沉淀完全溶解(若试样中含较高的锰,盐酸不易溶解氢氧化物沉淀,可滴加一滴过氧化氢溶液),加入 5 mL 过硫酸铵(200 g/L)溶液,加入氨水中和至沉淀不再增加后再加入 10 mL 过量的氨水,加热溶液并保持微沸 1~2 min,取下后趁热用原滤纸过滤,用热的洗涤液洗涤烧杯 2~3 次,洗涤沉淀 3~4 次,滤液仍保留于原 400 mL 烧杯中。

煮沸滤液并将其体积浓缩至 100 mL 左右,使

$$\omega_{Zn} = \frac{F_1 \cdot (V_2 - V_1) - F_2 \cdot (V_4 - V_3)}{m \times 10^3} \times 100\% - 1.114 \times \omega_{Ni} - 0.5816 \times \omega_{Ca}$$

F_1 —EDTA 的滴定系数,mg/mL; V_1 —空白消耗的 EDTA 体积,mL; V_2 —试液消耗的 EDTA 体积,mL; F_2 —氯化锌的滴定系数, $F_2=2.500$ mg/mL; V_3 —空白消耗的氯化锌体积,mL; V_4 —试液消耗的氯化锌体积,mL; m —试样质量,g;0.5816—镉含量换算为锌含量的系数;1.114—镍含量换算为锌含量的系数; ω_{Ca} 、 ω_{Ni} 由电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法测得的镉、镍的含量。计算结果精确至小数点后两位。

2 结果与讨论

2.1 溶样方法的选择

含镍锌物料的组成比较复杂,一般在溶解样品的过程中,通常使用氟化铵、盐酸、硝酸、硫酸、高氯酸冒烟的方式溶解。加入氟化铵能够挥发试样中的硅,有效降低硅的干扰;加入高氯酸能更好地溶解样品中的碳,二者都是为了保证样品溶解完全,实验结果见表 1。

表 1 溶样方法的选择

Table 1 Sample dissolution methods /%

样品编号	不加氟化铵		加氟化铵	
1#	11.58	11.66	12.13	12.20
2#	20.58	20.35	20.60	20.51
3#	33.00	32.69	33.97	33.70
4#	42.49	42.37	42.44	42.69
5#	50.74	50.94	50.83	50.73
6#	61.23	61.36	61.30	61.15

样品 1# 和 3# 中分别含硅 3.56%、6.23%,溶样过程中不加氟化铵样品溶解不完全,会有少量固体。由表 1 数据可以看出,含硅样品加入氟化铵能保证样品中的锌完全释放出来,不含硅样品加入氟化铵

多余过硫酸铵加热分解完全,取下后冷却至室温。加入抗坏血酸 0.1 g、1 滴甲基橙指示剂(0.5 g/L),先用氨水(1+1)调至溶液红色消失,再用盐酸(1+1)调至溶液刚刚变为红色,然后加入约 30 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液、5 mL 氟化钾溶液(200 g/L)和 10 mL 硫代硫酸钠溶液(100 g/L),搅拌均匀。

1.2.3 滴定及结果计算

加入 2 滴二甲酚橙指示剂(5 g/L),使用 Na_2EDTA 标准滴定溶液滴定至溶液的紫红色消失并过量 10.00 mL,静置 10 min 至溶液呈亮黄色。然后用锌标准滴定溶液进行滴定过量的 EDTA,溶液由亮黄色变为淡红色即为终点。随同试样做空白实验。

按式(1)计算锌含量:

不会影响锌的含量。样品 2#、3#、4# 中含碳量高,不加高氯酸碳不能完全溶解,试液中会有黑色小颗粒存在,加入高氯酸冒烟后,样品完全溶解。

2.2 镍元素的影响

2.2.1 镍的干扰及消除

实验过程中发现,当镍含量大于 0.1% 时,由于镍与 EDTA 络合比锌与 EDTA 络合的速度慢直接滴定到终点后放置片刻溶液颜色变暗发乌,影响终点确定,且消耗的 EDTA 不仅与锌络合还有少量与镍络合,会导致结果偏高;当镍含量在 1% 以上,无法观察到亮黄色终点,无法直接滴定测得锌量。移取 20.00 mL 锌标准溶液(5.0 mg/mL),向其中加入不同量的镍,按实验过程过滤及调样,分别采用直接滴定和返滴定两种方法对照,测定结果见表 2。

表 2 镍元素的干扰及消除

Table 2 Effect of nickel on the determination of zinc

Zn 量/ mg	Ni 加入量/ mg	直接滴定 测得锌量/mg	返滴定 测得锌量/mg
100.00	0.00	99.96	100.10
100.00	0.10	100.08	99.93
100.00	0.20	100.20	100.05
100.00	0.40	100.35	100.15
100.00	1.00	100.54	99.89
100.00	2.00		99.95
100.00	4.00		100.23
100.00	10.00	4.76	
100.00	20.00	9.09	

由表 2 数据可以看出,使用返滴定法能够消除镍元素的干扰,准确测定锌的含量。

2.2.2 镍含量的测定

通过两种方式测定镍含量:方法一直接称取试

样溶解并测定其中镍的含量;方法二按实验方法过滤所得滤液浓缩定容,测定镍的含量。对比两种方法测得的镍含量数值,结果见表3。氨水对 Ni^{2+} 的配合能力较强,由表3可以看出镍基本全量进入滤液中,因此可以通过直接测定试样中的镍来确定镍含量,保证式(1)的可行性。

表3 镍含量的测定

Table 3 Determination of nickel content /%

样品编号	方法一		方法二	
1#	0.45	0.40	0.38	0.41
2#	0.88	0.95	0.90	0.85
3#	1.33	1.28	1.25	1.25
4#	1.10	1.14	1.11	1.07
5#	0.25	0.28	0.26	0.22
6#	1.77	1.82	1.73	1.75

2.2.3 EDTA 过量体积的选择

移取锌标准溶液 20.00 mL,加入 4.00 mg 的镍,得到含镍约 2% 的试液,按照实验过程进行过滤调样,在滴定过程中过量不同体积 EDTA 进行返滴定,结果见表 3。

表3 EDTA 过量体积的影响

Table 3 Effect of EDTA excess volume

锌量/mg	EDTA 过量 体积/mL	返滴定测得 锌量/mg	消耗氯化 锌体积/mL
100.00	5.00	100.08	6.03
100.00	10.00	100.23	12.52
100.00	15.00	99.96	18.80
100.00	20.00	99.90	25.29

由表3可以看出当镍含量约为2%时,EDTA过量体积为5、10、15、20 mL均可准确测定试液中的锌量,但当过量体积太小时消耗氯化锌体积太少,滴定的相对误差增大;当过量体积过大时消耗氯化锌体积过多,又会浪费资源。所以,实验选择EDTA过量体积为10~15 mL。

2.2.4 静置时间的选择

移取锌标准溶液 20.00 mL,加入 10.00 mg 的镍,按照实验过程进行过滤调样,在滴定过程中过量 10.00 mL EDTA 静置,观察实验现象。

表4 静置时间实验

Table 4 Setting time test

静置时间/min	1	5	10	15
溶液颜色	暗紫色	暗黄色	亮黄色	亮黄色

当镍含量较高时,试液放置 10 min 后,溶液呈亮黄色,证明镍与 EDTA 完全反应。而放置 5 min 后仍呈暗黄色,应适当延长静置时间,待镍与 EDTA

络合完全后再用氯化锌返滴定过量的 EDTA。

2.3 其他共存元素的干扰

使用 X 射线荧光光谱分析含镍锌物料,发现其中除大量的锌、铁、铅,还有少量的镍、镉、锰、铜、铝、钙、镁等元素。镍、镉可以通过 ICP-AES 法检测后进行扣除;钙、镁与 EDTA 络合的 pH 值为 12~13,在实验条件下基本不与 EDTA 反应,其影响可以忽略;氟化钾和硫代硫酸钠可以掩蔽溶液中少量的铝和铜;锰元素可采用过硫酸铵氧化-氢氧化物共沉淀的方式分离出去,消除其对结果的干扰^[1]。

因此,实验主要考虑大量的铁和铅对实验结果的影响。

2.3.1 铁的干扰

移取 5.00 mL 锌标准溶液,分别加入不同量的铁,按照实验步骤进行实验,观察铁含量对锌的影响,结果见表 5。

表5 铁的影响

Table 5 Effect of iron content

锌加入量/mg	铁加入量/mg	测得锌量/mg
25.00	0.00	24.96
25.00	10.00	25.05
25.00	20.00	24.98
25.00	30.00	24.93
25.00	40.00	25.03
25.00	50.00	25.07
25.00	60.00	24.95

由表5可以看出,铁含量的高低对锌量的测定基本没有影响。使用 ICP-AES 法测定滤液中的铁含量,发现检测到铁含量极低,证明铁基本以氢氧化物的沉淀形式与含锌溶液分离,后续加入抗坏血酸可掩蔽溶液中少量的铁。

2.3.2 铅的干扰

移取 15.00 mL 锌标准溶液,加入不同量的铅,分别按照不分离铅和分离铅的方法进行实验,观察铅含量对锌的影响,结果见表 6。

表6 铅的影响

Table 6 Effect of lead content

锌加入量/ mg	铅加入量/ mg	不分离铅 测得锌量/mg	分离铅 测得锌量/mg
75.00	6.00	75.04	74.96
75.00	8.00	74.95	74.93
75.00	10.00	75.09	74.98
75.00	12.00	75.12	75.05
75.00	16.00	75.35	75.09
75.00	20.00	75.45	75.00
75.00	30.00	75.66	74.95

结果表明:当铅量 ≤ 10 mg 时,铅的存在不会影响测定结果;当铅量 > 10 mg 时,通过硫酸沉淀铅离子并过滤分离沉淀的方式可以消除铅的影响。

2.3.3 混合元素的干扰

移取 15.00 mL 锌标准溶液,分别加入一定量的 Ni、Pb、Fe、Mn、Al、Cu 元素,按实验步骤进行测定。由表 7 可以看出所列元素基本不会影响锌的测定。

表 7 混合元素干扰实验

Table 7 Mixed element interference experiment

锌量/mg	混合元素加入量/mg						测得锌量/mg
	Ni	Pb	Fe	Mn	Al	Cu	
75.00	2.00	6.00	50.00	15.00	10.00	2.00	74.92
75.00	5.00	10.00	50.00	15.00	10.00	2.00	75.04
75.00	10.00	20.00 (分离硫酸铅沉淀法)	50.00	15.00	10.00	2.00	75.10

2.4 方法比对实验

选取 3[#]、5[#] 样品,分别按照实验方法测定锌和丁二酮肟沉淀分离-EDTA 滴定法^[7] 测定锌的结果进行比对,结果见表 8。由对比结果看出两种方法测得的锌量结果相近,无明显差距。

表 8 两种方法测定锌量结果

Table 8 The results of zinc content determination by two methods

样品编号	方法	测得锌量/mg	
3 [#]	本方法	33.88	33.66
	丁二酮肟沉淀分离-EDTA 滴定法	33.54	33.72
5 [#]	本方法	61.23	61.36
	丁二酮肟沉淀分离-EDTA 滴定法	61.00	61.09

2.5 精密度实验

选取 6 个不同锌含量的含镍锌物料,按照实验方法独立进行 11 次测定,结果见表 9。相对标准偏差(RSD)在 0.21%~0.87%,方法重现性好,可以满足日常检测需求。

表 9 精密度实验

Table 9 Precision test($n=11$)

编号	锌的含量											平均值	RSD
1 [#]	12.00	12.03	12.13	11.96	12.25	11.99	12.20	12.10	12.27	12.07	12.14	12.10	0.87
2 [#]	20.58	20.35	20.60	20.48	20.53	20.37	20.51	20.44	20.62	20.40	20.58	20.50	0.47
3 [#]	33.88	33.66	33.97	33.75	33.85	33.96	33.70	33.73	33.68	33.84	33.86	33.81	0.32
4 [#]	42.49	42.37	42.44	42.81	42.75	42.63	42.69	42.57	42.55	42.61	42.70	42.60	0.31
5 [#]	50.74	50.94	50.83	50.77	50.68	50.86	50.73	50.52	50.59	50.61	50.62	50.72	0.25
6 [#]	61.23	61.36	61.30	61.00	60.98	61.27	61.15	61.06	61.19	61.03	61.22	61.16	0.21

2.6 加标回收实验

选取 1[#]、2[#]、3[#] 样品加入一定量的锌标准溶液按实验方法进行锌的加标回收实验,结果见表 10,得到方法的加标回收率为 99.0%~102%,可以满足日常检测需求。

表 10 加标回收实验

Table 10 The recovery test

样品编号	样品含锌量/ mg	加入锌量/ mg	测得锌量/ mg	回收率/ %
1 [#]	23.49	25.00	48.98	102
1 [#]	22.86	25.00	47.85	100
2 [#]	38.44	25.00	63.78	101
2 [#]	38.84	25.00	63.60	99.0
3 [#]	64.37	50.00	114.50	100
3 [#]	63.21	50.00	113.90	101

3 结论

用拟定的实验方法可以消除镍铅铁等元素的干扰,其结果的相对标准偏差小于 1%,加标回收率为 99.0%~102%,适用于测定锌含量在 12%~60% 的含镍锌物料中的锌。方法方便、准确,可以满足对含镍锌物料的日常检测需求。

参考文献

- [1] 范丽新,汤淑芳. EDTA 滴定法测定再生锌原料中的锌含量[J]. 中国无机分析化学,2019,9(1):47-53.
FAN Lixin, TANG Shufang. Determination of zinc content in regenerated zinc material by EDTA titration method[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical

- Chemistry, 2019, 9(1): 47-53.
- [2] 顾锋, 朱春要, 梁婷婷, 等. EDTA 滴定法测定除尘灰中锌含量[J]. 中国无机分析化学, 2017, 7(2): 46-49.
GU Feng, ZHU Yaochun, LIANG Tingting, et al. Determination of zinc content in dust by EDTA titration method [J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2017, 7(2): 46-49.
- [3] 魏雅娟, 吴雪英, 钟贵远, 等. EDTA 滴定法测定含锌物料中氧化锌[J]. 中国无机分析化学, 2017, 7(2): 63-68.
WEI Yajuan, WU Xueying, ZHONG Guiyuan, et al. Determination of zinc oxide content in zinc containing materials by EDTA titration [J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2017, 7(2): 63-68.
- [4] 李颜君. EDTA 滴定法测定锌精矿中锌含量方法的改进[J]. 冶金分析, 2014, 34(7): 47-50.
LI Yanjun. Method improvement on the determination of zinc concentrate by EDTA titrimetry [J]. Metallurgical Analysis, 2014, 34(7): 47-50.
- [5] 应文河, 李德泉. 锌精矿中锌的测定[J]. 冶金分析, 1993(4): 25-27.
YING Wenhe, LI Dequan. Determination of zinc in zinc concentrates [J]. Metallurgical Analysis, 1993, 13(4): 25-27.
- [6] 奚长生, 陈慧琴, 梁凯, 等. EDTA 络合滴定法直接测定锌镉试样中锌[J]. 冶金分析, 2002, 22(1): 56-58.
XI Changsheng, CHEN Huiqin, LIANG Kai, et al. Direct determination of zinc in Zn-Cd samples by complexometric titration [J]. Metallurgical Analysis, 2002, 22(1): 56-58.
- [7] 江荆, 魏雅娟, 邹景荣, 等. 丁二酮肟沉淀分离-EDTA 滴定法测定含镍锌物料中锌[J]. 冶金分析, 2016, 36(11): 62-66.
JIANG Jing, WEI Yajuan, WU Jingrong, et al. Determination of zinc in zinc-bearing material containing nickel by EDTA titration after precipitation separation using dimethylglyoxime [J]. Metallurgical Analysis, 2016, 36(11): 62-66.
- [8] 姜红艳, 李向东. 返滴定法测定镍青铜中的锌元素[J]. 河北冶金, 2011(6): 46, 51.
JIANG Hongyan, LI Xiangdong. Measurement of zinc in nickel bronze with return titrimetric method [J]. Hebei Metallurgy, 2011(6): 46, 51.