

鎳精矿的物相分析試驗报告

中国科学院化工冶金研究所

1960 年 4 月

鎳精矿的物相分析試驗报告

(金屬鎳、硫化鎳、鈷、銅及磁鉄矿的分离)

一、前 言

在自然界中,鎳成許多不同的化合物存在,除单独的鎳矿物之外,它还常常能取代相应矿物晶架上的原子而成类质异象状态与其他矿物所共生,根据苏联费尔斯曼院士的研究以言鎳为主要成分的矿物約有 45 种之多,成类质同象存在的矿物有数十种。其化学成份約可分为天然鎳(金屬鎳),硫化鎳、硅酸鎳、鉛硅酸盐,砷酸盐、硫酸盐、碳酸盐、氧化物、磷化物等,由之可見在自然界中鎳的矿物是很复杂的,对物相分析这門科学本身來說其目的是找出各种矿物的物理、化学及矿物学上的性质差异而达到安全分离的目的,但在实际生产上及目前物相分析所能达到之水平,还不可能得到十分完滿的結果,因之苏联又将物相分析称为合理分析(Рациональный анализ),主要是为选矿、湿冶、冶金、化工等的要求而将其分成几个部分加以測定。

本实验的目的是解决在磁黄鉄矿中鎳及其他金属(鈷、銅)伴生的矿物存在的状态,由化学全分析(表一)中可看出其絕大部分是成硫化物状态存在。由目前的文献看来,鎳、鈷、銅、鉄硫化物共存时的分离还未有記載,尤其是鉄的硫化物都是以換算出来,因此对鎳的硫化物分离本实验未加討論。

表 1 鎳精矿物的化学成分

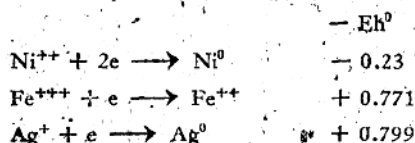
結 果	元 素	Fe	Ni	Co	Cu	S	SiO ₂
%		60.10	5.13	0.138	1.695	23.24	8.4

二、实 驗

(1) 金屬鎳的分离測定:

由于进行分析的矿物是精选以后的,因此沒有必要去測定其硫酸盐类,可以肯定他們是不存在的。

金屬鎳的分离方法是基于金屬鎳在微酸性溶液中能被其还原电势大的金属离子置換出来而与其成其他形式的鎳分离, Ag^+ 及 Fe^{+++} 皆可置換出金屬鎳而本身还原成 Ag 及 Fe^{++} ,



我們是用 $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ 來置換金屬鎳的，在 CO_2 气流中用 5% 及 3% $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ 溶液進行實驗，結果列於表 2 中：

表 2 金屬鎳浸取結果

5% $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ 浸取			3% $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ 浸取		
編 號	結 果 時 間	Ni%	編 號	結 果 時 間	Ni%
1	30 分 鐘	0.545	7	30 分 鐘	0.312
2	30 分 鐘	0.527	8	30 分 鐘	0.472
3	一 小 時	0.459	9	60 分 鐘	0.552
4	一 小 時	0.522	10	60 分 鐘	0.570
5	一 小 時	0.504			
6	一 小 時	0.468			

由表 2 可看出用 5% $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ 浸取半小時或用 3% $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ 浸取一小時基本上是完全的。

(2) 硫化鎳硫化鈷的分离：

在一些文獻上介紹硫化鎳用 H_2O_2 浸取，即將硫化物氧化為硫酸鹽，同樣鈷的硫化物亦可氧化，但只單用 H_2O_2 浸取要經過數次處理才能完全，遠在 1947 年曾有人做過用過氧化氫與醋酸并用一次處理即可完全，我們即採用了此法實驗結果列於三表中：

表 3 硫化鎳與硫化鈷浸取的結果

浸 取 溶 液						浸 取 渣	
編 號	結 果 時 間	Ni% (NiS)	誤 差*	Co% (CoS)	誤 差*	Ni	Co
1	半 小 時	4.466	-0.019	0.139	+0.001	微 量	未發現
2	半 小 時	4.70	+0.097	0.139	+0.001	微 量	未發現
3	半 小 時	4.67	-0.009	0.139	+0.001	未發現	未發現
4	半 小 時	4.67	-0.060	0.139	+0.001	微 量	未發現
5	一 小 時	4.67	+0.040	0.139	+0.001	未發現	未發現
6	一 小 時	4.67	+0.008	0.140	+0.002	未發現	未發現
7	一 小 時	4.789	-0.029	0.135	-0.003	未發現	未發現
8	一 小 時	5.027	+0.367	0.135	-0.003	微 量	未發現
9	一 小 時	4.60	+0.02	0.136	-0.002	0.02%	未發現
10	一 小 時	4.466	-0.10	0.140	+0.002	0.07%	未發現

* 其誤差是金屬鎳與硫化鎳的結果相加起來與全鎳相比較之誤差。同樣鈷之誤差亦然。

(3) 磁鐵礦及硫化銅的分离：

磁鐵礦的分离，因他非常易溶於磷酸中，而黃銅礦不溶，這樣我們企圖用它來分离磁鐵礦及硫化銅，用(1:1)磷酸在水浴上浸取 5 分鐘，實驗結果列於表 4 中

由表四可見在浸取液中 Fe_2O_3 定量的溶解而銅沒有被浸出，在渣中測定的銅與全銅是相符的，因此銅亦成硫化物而存在。

由上之實驗結果我們制出本礦物之物相分析操作規程如下

編 号	浸 取 液			浸 取 渣
	結 果 時 間	元 素	%Fe(Fe_2O_3)	Cu Cu%(CuS)
1	5 分 鐘		19.024	未 发 現
2	5 分 鐘		19.024	未 发 現
3	5 分 鐘		19.312	未 发 現
4	5 分 鐘		19.312	未 发 現

(一) 金属镍的分离与测定:

1. 试剂:

$\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ 溶液3%或5%的,在1%的 H_2SO_4 溶液中加入3—5g $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$,加热溶解。

测定的试剂略

手續:称取样品0.5g于300毫升三角瓶中加入50毫升5%或3% $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ 溶液,在 CO_2 气流中在温度60—80°C的沙浴上浸取30—60分钟,取下用布氏漏斗过滤,用热水洗5—7次,渣保留作测硫化物用,滤液用重量法或比色法测定镍,此即为金属镍。

2. 硫化镍、钴的分离测定

试剂:

醋酸:(1:1)用98%醋酸配成

H_2O_2 :30%

测定镍及钴的试剂略

手續:将分离金属镍后之残渣定量的与滤纸一道转入400毫升的缩口烧杯中,加入(1:1)醋酸50 ml加30毫升 H_2O_2 ,在60—80°C沙浴上浸取30—50分钟,经常振荡之,取下用布氏漏斗过滤,滤液冲稀至250毫容量瓶中,取一部分测定镍(重量法或比色法),另取一分测定钴(比色法)。

3. 磁性铁及硫化铜之分离测定:

试剂:

H_3PO_4 : (1:1)用比重为1.72配制

测定铜之试剂(略)

手續:称取0.3—0.5g样品于250 ml三角瓶中,加入(1:1)磷酸10 ml,在沸水浴上浸取5分钟,经常搅动,取出用布氏漏斗过滤,用水洗5—7次,滤液测定铁,即(Fe_2O_3),残渣定量的移至瓷坩埚中,在高温炉中灼烧,然后放于300毫升烧杯中用逆王水溶解,测定铜即为硫化铜(用容量或比色法测定之)

結論:本方法操作只适用于磁黄铁矿中测定此三种硫化物,若其中有硅酸盐(镍、钴,可在醋酸浸取后残渣中测定之。

若有铜的氧化物存在时必须要根据分离铜的氧化物的操作,分离之,而按铜的物相分析测其硫化铜。

参 考 文 献

- [1] Analyst abstrat 2651, 1958.
- [2] Завод. Лаб. 1947; 2, 156 1951, 10, 1188.
- [3] Вестн. Ленингр. ун-та 1956 No. 22, 127 1958 No. 4, 126.
- [4] 矿石物相分析, В. В. 多利伏-多布洛沃尔斯基及 Ю. В. 克利門科。