

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 1157.1—2016

粗氢氧化钴化学分析方法 第1部分：钴量的测定 电位滴定法

Methods for chemical analysis of crude cobalt hydroxide—
Part 1: Determination of cobalt content—
Potentiometric titration method

2016-07-11 发布

2017-01-01 实施

前 言

YS/T 1157《粗氢氧化钴化学分析方法》分为以下 4 个部分：

- 第 1 部分：钴量的测定 电位滴定法；
- 第 2 部分：镍、铜、铁、锰、锌、铅、砷和镉量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 3 部分：钙量和镁量的测定 火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 4 部分：锰量的测定 电位滴定法。

本部分为 YS/T 1157 的第 1 部分。

本部分方法 1 为掩蔽锰-电位滴定法；方法 2 为减锰-电位滴定法。

本部分方法 1 为仲裁分析方法。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)提出并归口。

本部分起草单位：金川集团股份有限公司、浙江华友钴业股份有限公司、格林美股份有限公司、北京矿冶研究总院、英德佳纳金属科技有限公司。

本部分方法 1 主要起草人：喻生洁、郭泽林、文占杰、马玉萍、谢柏华、范娟惠、马琳、孔智明、李敏、祁玉静、吴迟春、骆月英、梁玉兰。

本部分方法 2 主要起草人：谢柏华、范娟惠、马琳、孔智明、吴迟春、骆月英、梁玉兰、喻生洁、马玉萍、吕庆成、李敏、祁玉静。

粗氢氧化钴化学分析方法

第 1 部分:钴量的测定

电位滴定法

1 范围

YS/T 1157 的本部分规定了粗氢氧化钴中钴量的测定方法。

本部分适用于粗氢氧化钴中钴量的测定。测定范围为 20.00%~55.00%。

2 方法 1 掩蔽锰-电位滴定法

2.1 方法提要

试料在高氯酸及磷酸存在下,将锰氧化为 Mn^{3+} ,形成磷酸锰而掩蔽共存元素锰的干扰。在柠檬酸盐存在的氨性溶液中,用铁氰化钾溶液将 Co^{2+} 氧化为 Co^{3+} ,过量的铁氰化钾采用电位滴定法用钴标准滴定溶液进行返滴定。

2.2 试剂

除非另有说明外,分析中仅使用确认为分析纯的试剂,所用水为实验室三级水或纯度相当的水。

2.2.1 氟化氢铵。

2.2.2 高氯酸($\rho=1.67\text{ g/mL}$)。

2.2.3 磷酸($\rho=1.69\text{ g/mL}$)。

2.2.4 氨水($\rho=0.90\text{ g/mL}$)。

2.2.5 盐酸(1+1)。

2.2.6 柠檬酸铵溶液(300 g/L)。

2.2.7 钴标准滴定溶液:称取 1.000 0 g 金属钴($w_{Co}\geq 99.95\%$),加入 20 mL 硝酸(1+1),低温溶解后,加入 10 mL 硫酸(1+1),蒸至白烟冒尽,取下冷却,用水冲洗表面皿及杯壁,加热溶解盐类,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含钴 1 mg。

2.2.8 铁氰化钾标准溶液

2.2.8.1 配制:称取 5.6 g 铁氰化钾,加约 250 mL 水溶解,过滤后用水稀释至 1 000 mL,混匀。贮存于棕色瓶中。

2.2.8.2 标定:于 200 mL 烧杯中,加入 30 mL 柠檬酸铵溶液(2.2.6),30 mL 氨水(2.2.4),准确加入 15.00 mL 铁氰化钾标准溶液(2.2.8.1),混匀。在电位滴定仪上,将氧化还原电极(2.3.2)放入烧杯,在不断搅拌下用钴标准滴定溶液(2.2.7)滴定至电位突跃最大即为终点。

按式(1)计算铁氰化钾标准溶液对钴标准滴定溶液的换算因子:

$$k = \frac{V_1}{V_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

k ——换算因子,单位体积的铁氰化钾标准溶液消耗钴标准滴定溶液的体积数;

V_1 ——返滴定所消耗钴标准溶液毫升数,单位为毫升(mL);