

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 1028.1—2015

磷酸铁锂化学分析方法 第 1 部分：总铁量的测定 三氯化钛还原重铬酸钾滴定法

Methods for chemical analysis of lithium iron phosphate—
Part 1: Determination of total iron content—
Titanium trichloride reduction potassium dichromate titration methods

2015-04-30 发布

2015-10-01 实施

前 言

YS/T 1028《磷酸铁锂化学分析方法》共包括 5 个部分：

- 第 1 部分：总铁量的测定 三氯化钛还原重铬酸钾滴定法；
- 第 2 部分：锂量的测定 火焰光度法；
- 第 3 部分：磷量的测定 磷钼酸喹啉称量法；
- 第 4 部分：碳量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第 5 部分：钙、镁、锌、铜、铅、铬、钠、铝、镍、钴、锰量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 YS/T 1028 的第 1 部分。

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：广东邦普循环科技有限公司、烟台卓能电池材料有限公司、四川天齐锂业股份有限公司。

本部分主要起草人：李长东、余海军、谢英豪、张学梅、杨志宽、李景兰、杨书龙、姚丽、何霞。

磷酸铁锂化学分析方法

第 1 部分:总铁量的测定

三氯化钛还原重铬酸钾滴定法

1 范围

YS/T 1028 的本部分规定了磷酸铁锂中总铁的测定方法。

本部分适用于磷酸铁锂中总铁的测定。测定范围:28%~36%。

2 方法提要

试料以盐酸溶解后,以钨酸钠为指示剂,用三氯化钛将少量三价铁还原成二价铁至生成“钨蓝”,以空气中氧自然氧化过量的三价钛,在硫酸-磷酸介质中,以二苯胺磺酸钠为指示剂,用重铬酸钾标准溶液滴定二价铁。

3 试剂和材料

3.1 盐酸(1+1)。

3.2 硫酸-磷酸混合溶液:将 15 mL 硫酸($\rho \approx 1.84$ g/mL)缓慢加至 70 mL 水中,冷却后加入 15 mL 磷酸($\rho \approx 1.69$ g/mL)混匀。

3.3 三氯化钛溶液(1+14):取 2 mL 三氯化钛溶液(约 15%的三氯化钛溶液)用盐酸(1+5)稀释至 30mL。

3.4 重铬酸钾标准滴定溶液[$c(\frac{1}{6}K_2Cr_2O_7)=0.0500$ mol/L]:称取 2.4516 g 基准重铬酸钾(预先经 140 °C~150 °C 烘干 2 h 后,置于干燥器中,冷却至室温)溶于水后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.5 钨酸钠指示剂溶液(250 g/L):称取 25 g 钨酸钠溶于适量水中,加 5 mL 磷酸,用水稀释至 100 mL,混匀。

3.6 二苯胺磺酸钠指示剂溶液(5 g/L):称取 0.50 g 二苯胺磺酸钠溶于水中,用水稀释至 100 mL,混匀,保存在棕色瓶中。

4 试样

试样粒度应不大于 0.10 mm。

5 分析步骤

5.1 试料

称取 4.00 g 试样,精确至 0.0001 g。