



中华人民共和国国家标准

GB/T 23367.1—2009

钴酸锂化学分析方法 第 1 部分：钴量的测定 EDTA 滴定法

Methods for chemical analysis of lithium cobalt oxide—
Part 1: Determination of cobalt content—
EDTA titration

2009-03-19 发布

2010-01-01 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

GB/T 23367《钴酸锂化学分析方法》分为两个部分：

——第1部分：钴量的测定 EDTA 滴定法；

——第2部分：锂、镍、锰、镁、铝、铁、钠、钙和铜量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为第1部分。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分由中信国安盟固利电源技术有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由金川镍钴研究设计院、内蒙古力盟新能源有限公司参加起草。

本部分主要起草人：其鲁、晨晖、李卫、江卫军、潘海云、吴琼、祁世青、吴红梅。

钴酸锂化学分析方法

第1部分:钴量的测定

EDTA 滴定法

1 范围

GB/T 23367 的本部分规定了锂离子电池正极材料钴酸锂中钴量的测定方法。

本部分适用于锂离子电池正极材料钴酸锂中钴量的测定。测定范围:58.00%~62.00%。

2 方法提要

试料用盐酸溶解,在碱性溶液中以紫尿酸胺为指示剂,用 EDTA 标准滴定溶液滴定至溶液由橙黄色变为紫红色为终点。根据消耗的 EDTA 标准滴定溶液的体积计算钴量。

3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 18.2 MΩ·cm 二次纯化水或相当纯度的水。

3.1 紫尿酸胺指示剂:取 0.4 g 紫尿酸胺,加入 50 g 硫酸钾,在研钵中充分研磨成细粉。

3.2 盐酸(1+1)。

3.3 氨水-氯化铵缓冲溶液:称取 54.5 g 氯化铵溶于水中,加入 200 mL 浓氨水,用水稀释至 1 000 mL,混匀。

3.4 钴标准溶液:称取 1.500 0 g 金属钴(质量分数≥99.99%)于 400 mL 烧杯中,加 50 mL 盐酸(3.2),低温溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 1.5 mg 钴。

3.5 乙二胺四乙酸二钠(C₁₀H₁₄N₂O₈Na₂·2H₂O,EDTA)标准滴定溶液(0.01 mol/L)。

3.5.1 配制:称取 3.72 g EDTA 于 400 mL 烧杯中,加水微热溶解,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.5.2 标定:移取 10.00 mL 钴标准溶液(3.4)于 250 mL 三角瓶中,加入 50 mL 水,再加 10 mL 氨水-氯化铵缓冲溶液(3.3)和约 0.1 g 紫尿酸胺指示剂(3.1),用 EDTA 标准滴定溶液滴定至溶液由橙黄色变为紫红色为终点。

按公式(1)计算 EDTA 标准滴定溶液的浓度:

$$c_1 = \frac{\rho V_1}{58.933 \times V_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c_1 ——EDTA 标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

ρ ——钴标准溶液的质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_1 ——移取钴标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

58.933——钴的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

V_2 ——EDTA 标准滴定溶液消耗体积,单位为毫升(mL)。

当三个滴定体积极差在 0.10 mL 范围内时,取三个标定结果的平均值,否则重新标定。

4 试样

4.1 试样应通过 50 μm 筛。