

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 1157.4—2016

粗氢氧化钴化学分析方法 第4部分：锰量的测定 电位滴定法

Methods for chemical analysis of Crude Cobalt hydroxide—
Part 4: Determination of manganese 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、锰、铁、铅、锌、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 4 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：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、浙江盈联科技有限公司、英德佳纳金属科技有限公司。

本部分主要起草人：谢柏华、范娟惠、周良、李菊、罗玉蓉、林秀英、蒋小春、喻生洁、马玉萍、潘梅荣、吴迟春、骆月英。

粗氢氧化钴化学分析方法

第4部分：锰量的测定

电位滴定法

1 范围

YS/T 1157 的本部分规定了粗氢氧化钴中锰量的测定方法。

本部分适用于粗氢氧化钴中锰量的测定，测定范围为 2.50%~12.00%。

2 方法提要

试料经盐酸分解后，在焦磷酸钠饱和溶液中，调节 pH 值为 6~7，用高锰酸钾标准滴定溶液滴定至电位突跃即为终点。

3 试剂

除非另有说明外，在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。

3.1 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。

3.2 硫酸($\rho=1.84$ g/mL)。

3.3 硫酸(1+4)。

3.4 氨水(1+1)。

3.5 焦磷酸钠饱和溶液：称取 300 g 焦磷酸钠于 1 000 mL 烧杯中，加 900 mL 纯水。放置 24 h 后使用。

3.6 锰标准溶液：称取 1.000 0 g 金属锰($w\geq 99.95\%$)于 400 mL 烧杯中，加 20 mL 硫酸(3.3)，加热溶解至清亮。冷却，移入 1 000 mL 容量瓶中，用纯水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锰。

3.7 高锰酸钾标准贮存溶液[$c(1/5 \text{ KMnO}_4)\approx 0.1$ mol/L]：称取 3.20 g 高锰酸钾溶于 1 000 mL 纯水中，煮沸 1 h，冷却，放置 7 天。用 3# 玻璃砂芯漏斗过滤于棕色玻璃瓶中，混匀，于暗处保存备用。

3.8 高锰酸钾标准滴定溶液[$c(1/5 \text{ KMnO}_4)\approx 0.01$ mol/L]

3.8.1 配制：移取 100 mL 高锰酸钾标准贮存溶液(3.7)于 1 000 mL 棕色容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，于暗处保存备用。

3.8.2 标定：移取 10.00 mL 锰标准溶液(3.6)，置于 150 mL 烧杯中，加入 50 mL 焦磷酸钠饱和溶液(3.5)，在搅拌下，用硫酸(3.3)或氨水(3.4)调节溶液 pH 值为 6~7，在电位滴定仪上，用高锰酸钾标准滴定溶液滴定至电位突跃最大即为终点。现用现标。平行标定 3 份，所消耗的高锰酸钾标准滴定溶液体积的极差值不应超过 0.05 mL，取其平均值；否则，重新标定。高锰酸钾标准滴定溶液的实际浓度以 c 计，数值以 mol/L 表示，按式(1)计算：

$$c = \frac{V_1 \cdot \rho}{(V_2 - V_0) \times 54.94} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

ρ —— 锰标准溶液的质量浓度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

V_1 —— 移取锰标准溶液的体积，单位为毫升(mL)；