

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 710.1—2009

氧化钴化学分析方法 第 1 部分：钴量的测定 电位滴定法

Method for chemical analysis of cobalt oxide—
Part 1: Determination of cobalt content—
Potentiometric method

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

YS/T 710《氧化钴化学分析方法》共分为 6 个部分：

- 第 1 部分：钴量的测定 电位滴定法；
- 第 2 部分：钠量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 3 部分：硫量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第 4 部分：砷量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 5 部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 6 部分：钙、镉、铜、铁、镁、锰、镍、铅和锌量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法。

本部分为 YS/T 710 的第 1 部分。

本部分代替 YS/T 256—2000《氧化钴》附录 A。与 YS/T 256—2000《氧化钴》附录 A 相比，本部分主要有如下变动：

- 用电位滴定法替代亚硝酸钴钾重量法；
- 补充了精密度与质量保证和控制条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位：株洲冶炼集团股份有限公司。

本部分起草单位：赣州钴钨有限责任公司。

本部分参加起草单位：浙江嘉利珂钴镍材料有限公司、浙江华友钴业股份有限公司。

本部分主要起草人：万建红、李能华、张秀香、陈斌、赖承珑、李民芳、谢柏华、周良、黄晓婷。

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 710 的本部分规定了氧化钴中钴量的测定方法。

本部分适用于氧化钴中钴量的测定。测定范围: 65.00%~75.00%。

2 方法提要

在氨性溶液中,用铁氰化钾标准溶液将钴(Ⅱ)氧化成钴(Ⅲ),杂质锰(Ⅱ)的存在定量地被铁氰化钾氧化成锰(Ⅲ),过量的铁氰化钾再用钴标准溶液进行返滴定,电位突跃达到终点。钴量的结果为钴锰含量减锰量因素校正后计算所得。锰量测定结果小于 0.10%时,钴量结果可以不考虑锰量因素的影响。

3 试剂

3.1 市售试剂

- 3.1.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 3.1.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。
- 3.1.3 高氯酸(ρ 1.62 g/mL)。
- 3.1.4 氯化铵。

3.2 溶液

氨水-柠檬酸三铵混合液:称取 50 g 柠檬酸三铵溶于水中,加 350 mL 氨水(ρ 0.90 g/mL),用水定容至 1 000 mL,充分摇匀,备用。

3.3 标准溶液

3.3.1 钴标准溶液:准确称取纯金属钴(钴的质量分数 \geq 99.99%)3.000 0 g 置于 400 mL 烧杯中,缓慢加入 30 mL(1+1)硝酸,低温加热溶解,吹少量水煮沸,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水定容,摇匀。此标准溶液 1 mL 含 3.0 mg 钴。

3.3.2 铁氰化钾标准溶液($c[\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6] \approx 0.05 \text{ mol/L}$):称取铁氰化钾 17 g 溶于水中,过滤后用水稀至 1 000 mL,摇匀,贮存于棕色瓶中,备用。

3.3.3 铁氰化钾标准溶液的标定:在 250 mL 烧杯中加入 5 g 氯化铵(3.1.4),用酸式滴定管准确移取 20.00 mL 铁氰化钾标准溶液(3.3.2),加入 80 mL 氨水-柠檬酸三铵混合液(3.2),在自动电位滴定仪上用钴标准溶液(3.3.1)进行滴定,电位突跃达到终点。平行测定 3 次,在允许差范围内取平均值。

按式(1)计算铁氰化钾对钴标准溶液的体积比(K)。

$$K = \frac{V}{V_0} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V ——滴定时消耗钴标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——加入铁氰化钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL)。

3 次滴定消耗钴标准溶液的体积的极差不大于 0.10 mL。