

## 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( $\rho$ 1.19 g/mL)。

3.1.2 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL)。

3.1.3 高氯酸( $\rho$ 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( $\rho$ 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( $K$ )。

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

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。

4 仪器

自动电位滴定仪

5 分析步骤

5.1 试料

称取 1.00 g 试样,精确至 0.000 1 g。

5.2 测定

5.2.1 将试料(5.1)置于 250 mL 烧杯中,吹入少量水润湿。加入 25 mL 盐酸(3.1.1),盖上表面皿,放在电热板上低温加热溶解,加入 10 mL 硝酸(3.1.2),继续加热蒸至体积约 5 mL。

5.2.2 视具体溶解情况,可适当加入 3 mL~5 mL 高氯酸(3.1.3)冒烟处理。

5.2.3 取下,用少量水吹洗杯壁及表面皿,煮沸,冷却后移入 200 mL 容量瓶中,用水定容,摇匀,制成待测钴溶液备用。

5.2.4 在 200 mL 烧杯加入 5 g 氯化铵(3.1.4),用酸式滴定管准确移取 23 mL~27 mL 铁氰化钾标准溶液(3.3.2)(视氧化钴的钴含量确定,以反应后过量 2 mL 铁氰化钾为原则),加入 80 mL 氨水-柠檬酸三铵混合液(3.2),用移液管准确移入 20.00 mL 待测钴溶液(5.2.3),以少量的水吹洗杯壁,充分反应。

5.2.5 待滴定仪预热稳定后,将电极插入溶液中,开启搅拌器,调节仪器的零点和终点后,用钴标准溶液(3.3.1)返滴定过量的铁氰化钾,电位突跃至终点。记下消耗钴标准溶液的毫升数。

6 分析结果的计算

按式(2)计算钴的质量分数  $w_{Co}$ ,数值以%表示:

$$w_{Co} = \frac{\rho \cdot (V_1 \cdot K - V_2)}{m} \times 100 - w_{Mn} \times 1.07 \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$V_1$ ——准确加入铁氰化钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_2$ ——返滴定时消耗钴标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

$K$ ——钴标准溶液与铁氰化钾标准溶液的体积比;

$m$ ——称取试样的质量,单位为克(g);

$\rho$ ——钴标准浓度,单位为克每毫升(g/mL);

1.07——钴与锰的原子量之比;

$w_{Mn}$ ——试样中 Mn 的质量分数。

所得结果表示至两位有效数字。

7 精密度

7.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限( $r$ ),超过重复性限( $r$ )的情况不超过 5%,重复性限( $r$ )按表 1 数据采用线性内插法求得:

表 1 重复性限

$w_{Co}/\%$	67.41	70.36	73.37
$r/\%$	0.17	0.20	0.22
注:重复性限( $r$ )为 2.8 $S_r$ , $S_r$ 为重复性标准差。			

7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限(R),超过再现性限(R)的情况不超过 5%,再现性限(R)按表 2 数据采用线性内插法求得:

表 2 再现性限

$w_{Co}/\%$	67.41	70.36	73.37
$R/\%$	0.34	0.36	0.38
注: 再现性限(R)为 $2.8S_R$ , $S_R$ 为再现性标准差。			

8 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当前两者没有时,也可用控制标样替代),每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。

\_\_\_\_\_

中华人民共和国有色金属  
行 业 标 准  
氧化钴化学分析方法  
第 1 部分：钴量的测定  
电位滴定法  
YS/T 710.1—2009

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街 16 号  
邮政编码：100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字  
2010 年 3 月第一版 2010 年 3 月第一次印刷

\*

书号：155066·2-20574 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话：(010)68533533



YS/T 710.1—2009