

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 349.1—2009
代替 YS/T 349—1994

硫化钴精矿化学分析方法 第 1 部分：钴量的测定 电位滴定法

Methods for chemical analysis of cobalt sulfide concentrate—
Part 1: Determination of cobalt content—
Potentiometric titration 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 349《硫化钴精矿化学分析方法》共分为 4 个部分：

- 第 1 部分：钴量的测定 电位滴定法；
- 第 2 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 3 部分：锰量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 4 部分：二氧化硅量的测定 氟硅酸钾容量法。

本部分为 YS/T 349 的第 1 部分。

本部分代替 YS/T 349—1994《钴钨精矿化学分析方法》中钴量的测定部分，与 YS/T 349—1994 相比，本部分主要有如下变化：

- 测定范围规定为：4%~25%；
- 分析方法由亚硝基红盐光度法改为电位滴定法；
- 补充了质量保证和控制条款，增加了精密度条款。

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：金川集团有限公司。

本部分参加起草单位：宁波雁门化工有限公司、赣州钴钨有限责任公司。

本部分主要起草人：张发志、喻生洁、田卫、马玉萍、吕庆成、林秀英、王海和、沈峰、张明、万建红。

本部分所代替的历次版本的标准发布情况为：

- YB 825—1975；
- YS/T 394—1994。

硫化钴精矿化学分析方法

第 1 部分: 钴量的测定

电位滴定法

1 范围

YS/T 349 的本部分规定了硫化钴精矿中钴量的测定方法。

本部分适用于硫化钴精矿中钴量的测定。测定范围: 4%~25%。

2 方法提要

试料用盐酸、硝酸、高氯酸分解, 在有柠檬酸盐存在的氨性溶液中, 铁氰化钾溶液将钴(Ⅱ)氧化为钴(Ⅲ), 过量的铁氰化钾采用电位滴定法用钴标准滴定溶液进行返滴定。试料中有锰(Ⅱ)共存时, 也被铁氰化钾溶液定量的氧化为锰(Ⅲ), 测得结果为钴锰含量, 将锰量校正为钴量后减去, 即为钴的含量。试样中锰含量小于 0.05% 时, 可忽略锰量的影响。

3 试剂

如无特殊说明, 所用试剂均为分析纯试剂, 所用水为一次蒸馏水或相当纯度的水。

3.1 氟化氢铵。

3.2 氯化铵。

3.3 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.4 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.5 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。

3.6 氢氟酸(ρ 1.15 g/mL)。

3.7 柠檬酸铵-氨水混合溶液: 称取 50 g 柠檬酸铵溶于 500 mL 水, 加氨水至 1 000 mL, 混匀。

3.8 钴标准滴定溶液: 准确称取 1.000 0 g 金属钴($\geq 99.95\%$)加入 20 mL 硝酸(1+1), 低温溶解后, 用水清洗表面皿及杯壁, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 以水定容。此溶液 1 mL 含 1 mg 钴。

3.9 铁氰化钾标准溶液($\rho[\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6]=11.2 \text{ g/L}$):

3.9.1 配制: 称取 11.2 g 铁氰化钾, 加约 250 mL 水溶解, 过滤后用水稀释至 1 000 mL, 摇匀, 贮存于棕色瓶中, 备用。

3.9.2 标定: 移取 10.00 mL 钴标准滴定溶液(3.8)于 150 mL 烧杯中, 加入 5 g 氯化铵(3.2)、50 mL 柠檬酸铵-氨水混合溶液(3.7), 准确加入 10.00 mL 铁氰化钾标准溶液(3.9.1), 在自动电位滴定仪上(4.1), 插入电极(4.2), 在搅拌下, 按仪器设定的滴定终点识别程序或设定的终点电位, 用钴标准滴定溶液(3.8)滴定。

按式(1)计算铁氰化钾标准溶液对钴标准滴定溶液的滴定系数:

$$K = \frac{V_0 + V_1}{V_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

K ——滴定系数, 单位体积的铁氰化钾标准溶液消耗钴标准滴定溶液的体积数;

V_0 ——移取钴标准溶液的毫升数, 单位为毫升(mL);

V_1 ——返滴定所消耗钴标准溶液毫升数, 单位为毫升(mL);