

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 1006.1—2014

镍钴锰酸锂化学分析方法 第 1 部分：镍钴锰总量的测定 EDTA 滴定法

Methods for chemical analysis of lithium nickel cobalt manganese oxide—
Part 1: Determination the total of nickel cobalt manganese content—
EDTA disodium salt titration

2014-10-14 发布

2015-04-01 实施

前 言

YS/T 1006—2014《镍钴锰酸锂化学分析方法》分为两个部分：

——第1部分：镍钴锰总量的测定 EDTA 滴定法；

——第2部分：锂、镍、钴、锰、钠、镁、铝、钾、铜、钙、铁、锌和硅量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 YS/T 1006 的第1部分。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分起草单位：中信国安盟固利电源技术有限公司、广东邦普循环科技有限公司、济宁市无界科技有限公司、深圳市天骄科技开发有限公司。

本部分主要起草人：彭甫英、朱晓沛、韩丽娟、张溪、李长东、余海军、黎俊茂、蒋永乐、蒋永善、周怡静、孙平芳。

镍钴锰酸锂化学分析方法

第 1 部分：镍钴锰总量的测定

EDTA 滴定法

1 范围

YS/T 1006 的本部分规定了锂离子电池正极材料镍钴锰酸锂中镍钴锰总量的测定方法。

本部分适用于锂离子电池正极材料镍钴锰酸锂中镍钴锰总量的测定。测定范围为 57.00%～61.00%。

2 方法提要

试料用盐酸溶解，在 pH 值 9～10 碱性溶液中以紫脲酸胺为指示剂，用 EDTA 标准滴定溶液滴定至紫红色为终点。根据消耗的 EDTA 标准滴定溶液的体积计算镍钴锰总量。

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满足二级及以上的水。

3.1 紫脲酸胺指示剂：取 0.4 g 紫脲酸胺，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 pH 值 9～10：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 1.000 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 1.0 mg 钴。

3.5 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液(0.01 mol/L)。

3.5.1 配制：称取 3.72 g 乙二胺四乙酸二钠于 400 mL 烧杯中，加水微热溶解完全，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 15.00 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 紫脲酸胺指示剂(3.1)，用 EDTA 标准滴定溶液(3.5)滴定至紫红色。

按式(1)计算 EDTA 标准滴定溶液的实际浓度：

$$c = \frac{\rho \times 10^{-3} \times V_1}{58.933 \times V_2 \times 10^{-3}} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

c —— 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 —— 滴定钴标准溶液所消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积，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。