

## 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 928.6—2013

### 镍、钴、锰三元素氢氧化物化学分析方法 第6部分：硫酸根离子量的测定 离子色谱法

Methods for chemical analysis of nickel cobalt manganese composite hydroxide—  
Part 6: Determination of sulfate ion contents—  
Ion chromatography

2013-10-17 发布

2014-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布



## 前 言

YS/T 928《镍、钴、锰三元素氢氧化物化学分析方法》共包括以下 6 个部分：

- 第 1 部分：氯离子量的测定 氯化银比浊法；
- 第 2 部分：镍量的测定 丁二酮肟重量法；
- 第 3 部分：镍、钴、锰量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 4 部分：铁、钙、镁、铜、锌、硅、铝、钠量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 5 部分：铅量的测定 电感耦合等离子体质谱法；
- 第 6 部分：硫酸根离子量的测定 离子色谱法。

本部分为 YS/T 928 的第 6 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本标准负责起草单位：金川集团有限公司、佛山市邦普循环科技有限公司、北京矿冶研究总院。

本部分起草单位：北京矿冶研究总院、佛山市邦普循环科技有限公司。

本部分参加起草单位：金川集团有限公司、北京有色金属研究总院。

本部分主要起草人：刘春峰、李长东、汤淑芳、于力、余海军、刘玮、黎俊茂、祝秋花、郭培庆、赵明理、徐锁平。



# 镍、钴、锰三元素氢氧化物化学分析方法

## 第6部分:硫酸根离子量的测定

### 离子色谱法

#### 1 范围

YS/T 928 的本部分规定了镍、钴、锰三元素氢氧化物中硫酸根离子量的测定方法。

本部分适用于镍、钴、锰三元素氢氧化物中硫酸根离子量的测定。测定范围:0.10%~2.00%。

#### 2 方法提要

试料以盐酸溶解,挥发除去过量盐酸,经阳离子交换树脂柱去除金属离子,以离子色谱法测定其中硫酸根。以保留时间定性,以工作曲线法进行定量。

#### 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和电阻率不小于  $18.2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$  的纯水。

3.1 碳酸钠,优级纯。

3.2 碳酸氢钠,优级纯。

3.3 硫酸钾,优级纯。

3.4 盐酸( $\rho=1.19 \text{ g/mL}$ ),优级纯。

3.5 双氧水。

3.6 盐酸(1+9)。

3.7 碳酸钠溶液(0.35 mol/L):称取 37.1 g 碳酸钠(3.1)(105 °C 烘干 2 h)溶于 1 000 mL 水中。

3.8 碳酸氢钠溶液(0.25 mol/L):称取 21.0 g 碳酸氢钠(3.2)(105 °C 烘干 2 h)溶于 1 000 mL 水中。

3.9 碳酸钠和碳酸氢钠混合溶液:各移取 10 mL 碳酸钠溶液(3.7)和碳酸氢钠溶液(3.8)于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.10 硫酸根标准贮存溶液:称取 1.814 2 g 硫酸钠(3.3)(105 °C 烘干 2 h),以水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 000  $\mu\text{g}$  硫酸根。

3.11 硫酸根标准溶液:准确移取 10.00 mL 硫酸根标准贮存溶液(3.10)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100  $\mu\text{g}$  硫酸根。

#### 4 仪器

4.1 离子色谱仪,配电导检测器。参考色谱条件参见附录 A。

4.2 氢型阳离子交换树脂柱。

4.3 滤膜,0.45  $\mu\text{m}$ 。

4.4 注射器,2.5 mL。



## 5 分析步骤

### 5.1 试料

称取 0.10 g 试样,精确至 0.000 1 g。

### 5.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

### 5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

### 5.4 测定

5.4.1 将试料(5.1)置于 10 mL 烧杯中,加入 2 mL 盐酸(3.4),滴加 2 滴双氧水(3.5),于 80 ℃ 水浴中加热,待样品溶解完全,继续水浴至近干,加入 5 mL 水溶解盐类,继续水浴 5 min,取下,冷却。

5.4.2 溶液过氢型阳离子交换树脂柱,用 50 mL 水洗树脂,定容于 100 mL 容量瓶中。溶液过 0.45 μm 滤膜,备用。用 2.5 mL 注射器吸取溶液,在仪器工作条件下,注入离子色谱仪中,记录色谱数据。

### 5.5 工作曲线的绘制

5.5.1 分别移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL 硫酸根标准溶液(3.11)至一组 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

5.5.2 用 2.5 mL 注射器由低浓度到高浓度依次进样,得到上述各浓度的色谱图。以硫酸根离子质量浓度为横坐标,峰面积为纵坐标,绘制工作曲线。典型离子色谱图参见附录 B。

## 6 分析结果的表述

硫酸根离子量以质量分数  $w_{\text{SO}_4^{2-}}$  计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_{\text{SO}_4^{2-}} = \frac{(\rho - \rho_0) \cdot V}{m \times 10^6} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$\rho$ ——试液中硫酸根的质量浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$\rho_0$ ——空白溶液中硫酸根的质量浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$V$ ——试液体积,单位为毫升(mL);

$m$ ——试样质量,单位为克(g)。

计算结果表示至小数点后两位。

## 7 精密度

### 7.1 重复性

在重复性条件下获得两次独立测试结果的测定值,在表 1 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 采用线性内插法



和外延法求得。

表 1 重复性限

$w_{\text{SO}_4^{2-}}/\%$	0.31	0.45	0.81	1.44	1.95
重复性限( $r$ )/%	0.04	0.05	0.07	0.14	0.19

## 7.2 再现性

在再现性条件下获得两次独立测试结果的测试值,在表 2 给出的平均值范围内,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和外延法求得。

表 2 再现性限

$w_{\text{SO}_4^{2-}}/\%$	0.31	0.45	0.81	1.44	1.95
再现性限( $R$ )/%	0.05	0.06	0.08	0.15	0.20

## 8 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- 试样;
- 使用的标准;
- 分析结果及其表示;
- 与基本分析步骤的差异;
- 测定中观察到的异常现象;
- 试验日期。

附 录 A  
(资料性附录)  
参考色谱条件

- A.1 色谱柱:SH-AC-1[200 mm×4.6 mm(内径)]阴离子分析柱,或选用性能相当的高容量阴离子交换柱。
- A.2 柱温箱温度:25 ℃。
- A.3 淋洗液:碳酸钠和碳酸氢钠混合溶液(3.9),或相当者。
- A.4 淋洗液流速:1.5 mL/min。
- A.5 进样体积:100 μL。
- A.6 抑制器:SHY-2 自再生抑制器,抑制电流 75 mA,或选用其他性能相当的抑制器。



附 录 B

(资料性附录)

硫酸根离子的标准溶液离子色谱图

硫酸根离子的标准溶液离子色谱图见图 B.1。

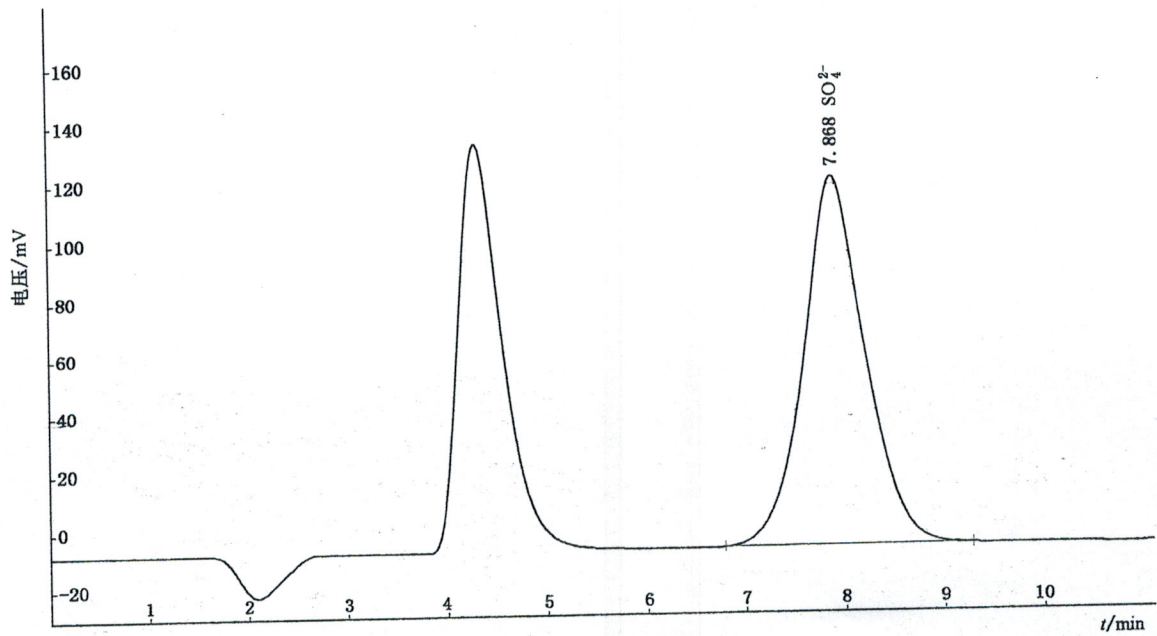


图 B.1 硫酸根离子在 SH-AC-1 柱上的标准色谱图

中华人民共和国有色金属  
行 业 标 准  
镍、钴、锰三元素氢氧化物化学分析方法  
第 6 部分:硫酸根离子量的测定  
离子色谱法

YS/T 928.6—2013

\*

中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)  
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

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

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

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 0.75 字数 12 千字  
2014 年 2 月第一版 2014 年 2 月第一次印刷

\*

书号: 155066·2-26594 定价 16.00 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)68510107



YS/T 928.6—2013