

ICS 77.120.70
H 13



中华人民共和国国家标准

GB/T 23273.1—2009

GB/T 23273.1—2009

草酸钴化学分析方法 第1部分：钴量的测定 电位滴定法

Methods for chemical analysis of cobalt oxalate—
Part 1: Determination of cobalt content—
Potentiometric titration method

中华人民共和国
国家标准
草酸钴化学分析方法
第1部分：钴量的测定 电位滴定法
GB/T 23273.1—2009

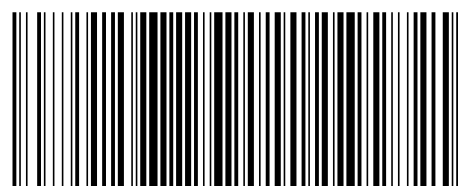
*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码：100045

网址 www.spc.net.cn
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
2009年6月第一版 2009年6月第一次印刷

*
书号：155066·1-37018 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



GB/T 23273.1—2009

2009-01-05 发布

2009-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

4.2 与仪器匹配的氧化还原复合电极,或指示电极—铂电极,参比电极—钨电极或 Ag/AgCl 等其他电极。电极的选择遵照厂家指导说明书。

5 分析步骤

5.1 试料

称取 1.000 g(*m*)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,以少量水润湿。加入 20 mL 硝酸(3.2),加热溶解完全,取下,冷却。用水洗涤表皿及杯壁,煮沸,取下冷却。移入 100 mL(*V*)容量瓶中,以水定容。

5.2.2 分取 10.00 mL(*V*₃)试液(5.2.1)于 150 mL 烧杯中,加入 50 mL 柠檬酸铵碱性混合溶液(3.3),加入 15.00 mL(*V*₂)铁氰化钾标准溶液(3.5),于自动电位滴定仪上(4.1),插入电极(4.2),在搅拌下滴加(体积记录为 *V*₁)钴标准滴定溶液(3.4),按仪器设定的程序,滴定至终点电位。

5.3 终点电位的确定

5.3.1 移取 15.00 mL 钴标准滴定溶液(3.4)于 150 mL 烧杯中,加入 50 mL 柠檬酸铵碱性混合溶液(3.3),加入 15.00 mL 铁氰化钾标准溶液(3.5),于自动电位滴定仪上(4.1),插入电极(4.2),在搅拌下滴加钴标准滴定溶液(3.4),记录加入钴标准滴定溶液(3.4)的体积和相对应的电位值。当电位下降的变化较大时,减慢钴标准滴定溶液(3.4)滴加速度,应尽可能每次加入很小的量,继续滴加直至电位变化很小为止。

5.3.2 用加入的钴标准滴定溶液(3.4)体积为横坐标,对应的电位为纵坐标,绘制滴定曲线,以曲线突跃的中点处为终点电位。至少测定三次。建议在突跃点附近计算其一阶导数,可更精确地确定终点电位。

5.3.3 具有自动确定终点电位程序的自动电位滴定仪,可根据设定的程序自动滴定至终点。

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:

$$w_{Co} = \frac{(V_2 \cdot K - V_1) \cdot \rho_{Co} \cdot V \times 10^{-3}}{m \cdot V_3} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m——试料量,单位为克(g);

ρ_{Co} ——钴标准滴定溶液的质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V——试液的总体积,单位为毫升(mL);

*V*₁——返滴定所消耗钴标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

*V*₂——加入铁氰化钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

*V*₃——分取试液的体积,单位为毫升(mL);

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。

所得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*)见表 1:

前 言

GB/T 23273《草酸钴化学分析方法》共 8 个部分:

——第 1 部分:钴量的测定 电位滴定法

——第 2 部分:铅量的测定 电热原子吸收光谱法

——第 3 部分:砷量的测定 氢化物发生—原子荧光光谱法

——第 4 部分:硅量的测定 钼蓝分光光度法

——第 5 部分:钙、镁、钠量的测定 火焰原子吸收光谱法

——第 6 部分:氯离子量的测定 离子选择性电极法

——第 7 部分:硫酸根离子量的测定 燃烧-碘量法

——第 8 部分:镍、铜、铁、锌、铝、锰、铅、砷、钙、镁、钠量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

本部分为第 1 部分。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分由金川集团有限公司负责起草。

本部分由北京矿冶研究总院、赣州钴钨有限公司参加起草。

本部分主要起草人:张发志、于乾勇、喻生洁、秦霞、吕庆成、林秀英、于力、汤淑芳、万建红、李能华、张秀香。