

内插法求得：

表 1 重复性限 %

硫酸根的质量分数	0.002	0.008	0.02
r	0.000 6	0.001 5	0.003 5
注：重复性(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 %

硫酸根的质量分数	0.002	0.008	0.02
R	0.001	0.002	0.004
注：再现性(R)为 2.8 S_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),每两周或必要时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。



中华人民共和国国家标准

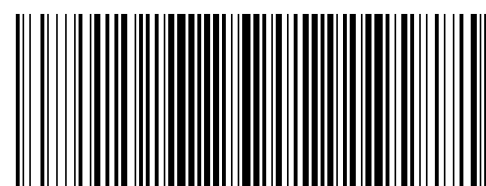
GB/T 23273.7—2009

草酸钴化学分析方法

第 7 部分：硫酸根离子量的测定

燃烧-碘量法

Methods for chemical analysis of cobalt oxalate—
Part 7: Determination of sulfate ion content—
Combustion-iodimetry



GB/T 23273.7—2009

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-37024

定价: 14.00 元

2009-01-15 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

中华人民共和国
国家标准
草酸钴化学分析方法
第7部分:硫酸根离子量的测定
燃烧-碘量法

GB/T 23273.7—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 8 千字

2009年5月第一版 2009年5月第一次印刷

*

书号: 155066·1-37024 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

500 °C的马弗炉中,恒温灼烧 30 min,取出冷却至室温后称重(m_3)。按式(2)计算 K 值。

5.2 试料

称取 0.250 g(m_0)试样(5.1),精确至 0.000 1 g。

5.3 空白试验

随同试料做助熔剂空白实验。

5.4 将试料(5.2)置于瓷舟(4.5)中,均匀铺平后放入 0.5 g 铜丝(3.1)备测。

5.5 接通高温电阻炉电源,使炉温升至 1 250 °C~1 300 °C。

5.6 按图 1 连接好装置,检查装置的气密性。

5.7 将 25 mL 淀粉吸收液(3.3)注入定硫吸收器内,以 1.8 L/min 流量通入氧气,并滴加碘标准溶液(3.6)使淀粉吸收液呈浅蓝色。

5.8 将盛有试样的瓷舟(5.4)用镍铬丝钩推入燃烧管高温区内,预热 30 s 后,先缓慢打开进气的玻璃活塞,再打开出气的玻璃活塞,使氧气流通过燃烧管,使二氧化硫气体被吸收液吸收。当吸收液的浅蓝色开始退色时,应及时用碘标准溶液(3.6)滴定,使溶液始终保持浅蓝色,待溶液退色减慢时再稍将气流放大,使管中的二氧化硫气体全部排出,继续滴定至与开始时的浅蓝色一样,保持 1 min 不变即为终点,记录滴定所消耗的碘标准滴定溶液的体积(V_1 或 V_2)。

注:燃烧管在开始测定前,均应在 1 250 °C~1 300 °C 充分灼烧,并预烧 2~3 个试验样品后方可进行正式试料的测定。

6 分析结果的计算与表述

按式(2)计算 K 值:

$$K = \frac{m_3 - m_2}{m_1} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_1 ——灼烧前称取试样的质量,单位为克(g);

m_2 ——空坩埚的质量,单位为克(g);

m_3 ——灼烧后坩埚和试样的总质量,单位为克(g)。

按式(3)计算试样中 $w_{\text{SO}_4^{2-}}$ 的质量分数,以%表示:

$$w_{\text{SO}_4^{2-}} = \frac{c(1/2\text{I}_2) \cdot (V_2 - V_1) \cdot K \times 2.996 \times 32.06 \times 10^{-3}}{2 \times m_0} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$c(1/2\text{I}_2)$ ——碘标准滴定溶液物质的量浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_2 ——滴定消耗碘标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——空白滴定消耗碘标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——灼烧后称取试料的质量,单位为克(g);

K ——灼烧后试样质量/灼烧前试样质量,取四位有效数字;

32.06——硫的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

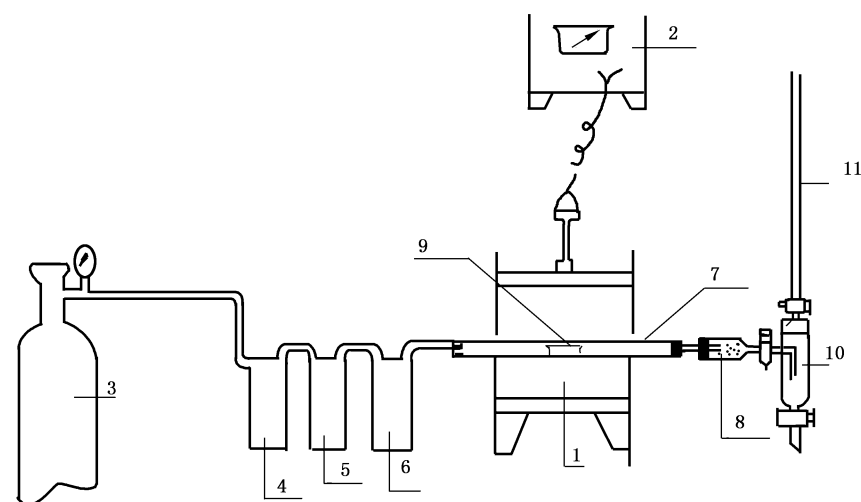
2.996——硫的摩尔质量换算为硫酸根离子的摩尔质量的系数。

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

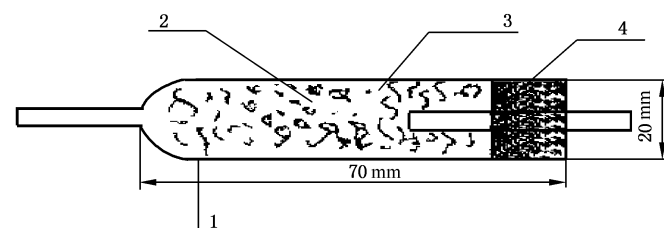
- 4.2 瓷坩埚:50 mL。
 4.3 高温管式电阻炉:最高温度 1 300 ℃,附温度控制器(0 ℃~1 600 ℃)。
 4.4 燃烧瓷管:内径 ϕ 16 mm,外径 ϕ 20 mm,总长 600 mm。
 4.5 燃烧瓷舟:长 88 mm。使用前应在 1 250 ℃ 预先灼烧 5 min,冷却后放入干燥器中备用。
 4.6 氧气(纯度要求 \geq 99.2%):备有氧气流量表。
 4.7 定硫吸收器:60 mL。
 4.8 洗气瓶 I:内盛有 100 mL~150 mL 氢氧化钠溶液(400 g/L)。
 4.9 洗气瓶 II:内盛 100 mL~150 mL 重铬酸钾的硫酸水溶液。
 4.10 干燥塔:内盛变色硅胶。
 4.11 定硫仪器装置,见图 1。



- 1—高温管式电阻炉; 7—燃烧瓷管;
 2—温度控制器; 8—过滤杯;
 3—氧气瓶; 9—燃烧瓷舟;
 4—洗气瓶 I; 10—定硫吸收器;
 5—洗气瓶 II; 11—滴定管(10 mL);
 6—干燥塔;

图 1 定硫装置

- 4.12 定硫过滤杯,见图 2。



- 1,3—玻璃棉或脱脂棉;
 2—厚度小于 0.5 mm 的金属铜屑(约占过滤杯体积的 1/2,定期更换);
 4—胶塞。

图 2 过滤杯

5 分析步骤

5.1 试样的灼烧处理

称取试样 5.000 g(m_1),精确至 0.000 1 g。将试样置于称重(m_2)后的坩埚(4.2)内,放入升温至

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 7 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、李希凯、韩敏、吕庆成、喻生洁、林秀英、徐晓艳、姜求韬、万建红、赖承珑、李能华。