



中华人民共和国国家标准

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

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 发布
中国国家标准化管理委员会

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。

草酸钴化学分析方法

第 1 部分：钴量的测定 电位滴定法

1 范围

GB/T 23273 的本部分规定了草酸钴中钴量的测定方法。

本部分适用于草酸钴中钴量的测定。测定范围：30%~33%。

2 方法提要

试料用稀硝酸分解，在柠檬酸盐氨性溶液中，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。

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 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.2 硝酸(1+1)。

3.3 柠檬酸铵氨性混合溶液：称取 60 g 氯化铵，120 g 柠檬酸铵溶于 500 mL 水，加氨水(ρ 0.90 g/mL)至 1 000 mL，混匀。

3.4 钴标准滴定溶液：准确称取 2.000 0 g 金属钴(钴的质量分数 \geq 99.98%)，加入 20 mL 硝酸(3.2)，低温加热至完全溶解，煮沸驱除氮的氧化物，取下冷至室温，用水冲洗表皿及杯壁，移入 1 000 mL 容量瓶中，以水定容。此溶液 1 mL 含 2 mg 钴。

3.5 铁氰化钾标准溶液(ρ [$K_3Fe(CN)_6$]=20 g/L)：

3.5.1 配制：称取 20 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。

3.5.2 标定：移取 15.00 mL 钴标准滴定溶液(3.4)(V_0)，于 150 mL 烧杯中，加入 50 mL 柠檬酸铵氨性混合溶液(3.3)，准确加入 15.00 mL 铁氰化钾标准溶液(3.5.1)(V_2)，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(3.4)滴定至终点电位(V_1)。

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。

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

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 ——移取钴标准溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_1 ——返滴定所消耗钴标准溶液的体积，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)。

取三个标定结果的平均值。滴定体积极差在 0.05 mL 范围内时，取其平均值，否则重新标定。

4 仪器

4.1 自动电位滴定仪，附搅拌装置。