



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

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

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

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。

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

1 范围

GB/T 23273 的本部分规定了草酸钴中硫酸根量的测定方法。
本部分适用于草酸钴中硫酸根量的测定。测定范围：0.002%~0.02%。

2 方法提要

试样在 500 ℃ 马弗炉中高温灼烧后以铜丝为助熔剂，在 1 250 ℃~1 300 ℃ 燃烧炉中，通入氧气，样品中的硫酸盐分解为二氧化硫，用淀粉吸收液吸收。以淀粉为指示剂，用碘标准滴定溶液滴定至浅蓝色为终点。

3 试剂

3.1 助熔剂：铜丝 ($w_{Cu} \geq 99.95\%$, $w_S < 0.0002\%$, 直径 0.25 mm~0.50 mm, 使用前用细砂纸打磨除去表面氧化物，用酒精棉擦拭干净，剪成长度约 50 mm~60 mm 备用)。

3.2 标准样品：紫铜标样 ($w_S: 0.002\% \sim 0.006\%$)。

3.3 淀粉吸收液：称取 0.05 g 淀粉，4 g 氯化钠和 0.2 g 碘化钾于 500 mL 烧杯中，加入 250 mL 水摇匀，煮沸 2 min 后冷却至室温，用时现配。

3.4 重铬酸钾的硫酸洗液 (50 g/L)：称取 5 g 重铬酸钾，以少量水加热溶解，冷却后，加入 100 mL 硫酸 (1+9)。

3.5 碘标准贮存溶液 [$c(1/2I_2) \approx 0.02 \text{ mol/L}$]：称取 2.5 g 碘及 20 g 碘化钾于 500 mL 烧杯中，加入 50 mL 水，不断搅拌使碘完全溶解后，过滤于 1 000 mL 棕色容量瓶中，以水定容。

3.6 碘标准滴定溶液 [$c(1/2I_2) \approx 0.0005 \text{ mol/L}$]：

3.6.1 配制：分取 15 mL 碘标准贮存溶液 (3.5)，置于 500 mL 棕色容量瓶中，加入 10 g 碘化钾以水定容，用时现配，并用标准样品随试样分析时标定。

3.6.2 标定：称取适量的紫铜标准样品三份，分别平铺于瓷舟中。按 5.8 操作步骤进行标定。

按式(1)计算碘标准溶液的浓度：

$$c(1/2I_2) = \frac{m \cdot w_S \times 2}{V \times 32.06 \times 10^{-3}} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$c(1/2I_2)$ ——碘标准滴定溶液物质的量浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

w_S ——标样中硫的质量分数；

V ——滴定消耗碘标准溶液的体积，单位为毫升(mL)；

m ——标准样品的质量，单位为克(g)；

32.06——硫的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)。

取三个标定结果的平均值。滴定体积极差在 0.2 mL 范围内时，取其平均值，否则重新标定。

4 仪器及设备

4.1 马弗炉。