



中华人民共和国国家标准

GB/T 23273.6—2009

草酸钴化学分析方法 第 6 部分：氯离子量的测定 离子选择性电极法

Methods for chemical analysis of cobalt oxalate—
Part 6: Determination of chlorine ion content—
Ion selective electrode method

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

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 6 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、株洲冶炼集团股份有限公司参加起草。

本部分主要起草人：张发志、喻生洁、杨秀萍、马玉萍、吕庆成、林秀英、于力、汤淑芳、邱平、朱国忠。

草酸钴化学分析方法

第6部分:氯离子量的测定

离子选择性电极法

1 范围

GB/T 23273 的本部分规定了草酸钴中水溶性氯离子量的测定方法。

本部分适用于草酸钴中水溶性氯离子量的测定。测定范围:0.015%~0.5%。

2 方法提要

用水加热浸取试料中的氯离子,在离子强度调节剂硝酸钠存在下,以氯离子选择性电极为指示电极和相应的参比电极为参比,用电位测量仪测定其电极电位值。在测定范围内,电极电位与氯离子浓度的负对数呈线性关系,按标准曲线法计算氯离子量。

3 试剂

分析用水均为新制备二次蒸馏水。

3.1 硝酸钠溶液(5 mol/L)。

3.2 氯离子标准贮存溶液:

称取 0.164 9 g 氯化钠(基准试剂,预先经过 550 °C 灼烧至恒重,并在干燥器中冷至室温)置于 150 mL 烧杯中,用水溶解,移入 100 mL 容量瓶中,以水定容。此溶液 1 mL 含 1 mg 氯离子。

3.3 氯离子标准溶液:

氯离子标准溶液:移取 20.00 mL 氯离子贮存溶液(3.2)于 200 mL 容量瓶中,以水定容。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 氯离子。

4 仪器

4.1 电位测量仪,附搅拌装置。

4.2 氯离子选择性电极,要求氯离子溶液浓度至少在 10^{-1} mol/L~ 10^{-4} mol/L 范围内,电极电位与氯离子浓度的负对数呈良好线性关系。

4.3 参比电极。电极的选择遵照厂家指导说明书。

4.4 可加热电磁搅拌器。

5 分析步骤

5.1 试料

称取 2.000 g 试样(m_0),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,加入约 35 mL 水,放入搅拌棒,将烧杯置于可加热的电磁搅拌器(4.4)上,加热至沸继续搅拌 5 min 后,取下,冷至室温,按表 1 将溶液连同不溶物移入相应容量瓶中,按表 1 加入硝酸钠溶液(3.1),以水定容,待测。

表 1 定容体积及硝酸钠的加入量

| 氯离子含量(质量分数)/% | 定容体积(V)/mL | 硝酸钠溶液/mL |
|---------------|------------|----------|
| 0.015~0.2 | 50 | 2 |
| >0.2~0.5 | 100 | 4 |

5.2.2 移取 50 mL 试液(5.2.1)于干燥的 100 mL 烧杯中,插入氯离子选择性电极(4.2)和参比电极(4.3),将烧杯置于电位测量仪上,在搅拌下测量其平衡电位值。从工作曲线上查出相应氯离子的质量浓度(ρ)。

5.3 工作曲线的绘制

分别移取 2.50 mL、5.00 mL 氯离子标准溶液(3.3)和 2.50 mL、5.00 mL 氯离子标准贮存溶液(3.2),置于一组 50 mL 容量瓶中,加入 2 mL 硝酸钠溶液(3.1),以水定容。以下同 5.2.2 操作,按氯离子浓度由低到高的顺序进行测定。在半对数坐标纸上,以氯离子质量浓度值为横坐标,电位值为纵坐标绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

按下式计算氯离子的质量分数 w_{Cl^-} ,数值以%表示:

$$w_{Cl^-} = \frac{\rho \cdot V \times 10^{-3}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_0 ——试料量,单位为克(g);

ρ ——自工作曲线上查得的氯离子浓度,单位为克每升(g/L);

V ——稀释体积,单位为毫升(mL)。

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 2 数据采用线性内插法求得:

表 2 重复性限 %

| | | | |
|---|-------|-------|------|
| 氯离子的质量分数 | 0.015 | 0.1 | 0.5 |
| r | 0.003 | 0.015 | 0.07 |
| 注:重复性(r)为 $2.8S_r$, 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 3 数据采用线性内插法求得:

表 3 再现性限 %

| | | | |
|---|-------|------|------|
| 氯离子的质量分数 | 0.015 | 0.1 | 0.5 |
| R | 0.006 | 0.02 | 0.08 |
| 注:再现性(R)为 $2.8S_R$, 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(当两者没有时,也可用控制标样替代),每周或每两周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。
