

HIRANUMA APPLICATION DATA		滴定数据 COM 系列	数据No.	G11	24/9/12
金 属	草酸钴中钴的测定				

1. 测定概述

以电位滴定法测定草酸钴中的钴为例进行说明。

测定方法按照《GB/T 23273.1 草酸钴化学分析方法 第1部分：钴量的测定 电位滴定法》进行。

本测定方法的概要如下。首先，将试料溶解于稀硝酸中，在柠檬酸铵溶液中加入亚铁氰化钾标准溶液，将钴(II)氧化成钴(III)。然后用钴标准溶液反滴定剩余的亚铁氰化钾，测定钴的含量。

2. 设备组成和试剂

(1) 设备组成

本体	:	自动滴定装置	COM 系列
可选部件	:	分注仪	1 台
电极	:	铂电极	PT-301
	:	参比电极	RE-201

※ 可使用复合铂参比电极 (PR-701BZ) 代替铂电极和参比电极。

(2) 试剂

滴定液	:	2.0000mg/L 钴标准液 (0.0339mol/L)
		准确称取 2.0000g 金属钴(钴的质量分数≥99.98%)，加入 20 mL 硝酸(1+1)，低温加热至完全溶解，煮沸以去除氮氧化物，冷却至室温后，用水冲洗表皿及烧杯壁，移入 1000mL 容量瓶中，以水定容。
添加剂(i)	:	20g/L 铁氰化钾标准溶液 (0.0607mol/L)
添加剂(ii)	:	柠檬酸铵氨性混合溶液
		称取 60g 氯化铵，120g 柠檬酸铵溶于 500mL 水，加氨水(0.90 g/mL) 至 1000mL，混匀。

3. 测定步骤

(1) 铁氰化钾标准溶液的标定

- (i) 在 150 mL 烧杯中放入搅拌子，将烧杯放置在搅拌仪上，并插入电极。
- (ii) 开始测定。首先，从分注仪 No.1 中注入 15 mL 钴标准溶液。
- (iii) 在启动计时器的 60 秒内（在此条件下设定为 60 秒），用量筒加入 50 mL 柠檬酸铵氨性混合溶液。60 秒后，从分注仪 No.2 注入 15 mL 铁氰化钾标准溶液。
- (iv) 随后，用分注仪 No.1 中的钴标准溶液滴定过量的铁氰化钾，突跃点为滴定终点。

(2) 草酸钴中钴的测定

- (i) 称取 1.000g 试样，精确至 0.0001g。
- (ii) 将试样放入 250 mL 烧杯中，并用少量水润湿。加入 20 mL 硝酸 (1+1)，加热至完全溶解后，取下并冷却。用水洗涤烧杯表面和内壁，煮沸后取下冷却。将溶液移入 100 mL 容量瓶中，并用水定容。
- (iii) 取 10.00 mL 样品 (ii)，放入 150 mL 烧杯中。加入 50 mL 柠檬酸铵氨性混合溶液。
- (iv) 浸入电极，开始滴定。从分注仪 No.2 中注入 15 mL 铁氰化钾标准溶液后，用分注仪 No.1 中的钴标准溶液滴定过量的铁氰化钾。

4. 测定条件和结果示例

(1) 铁氰化钾标准溶液的标定

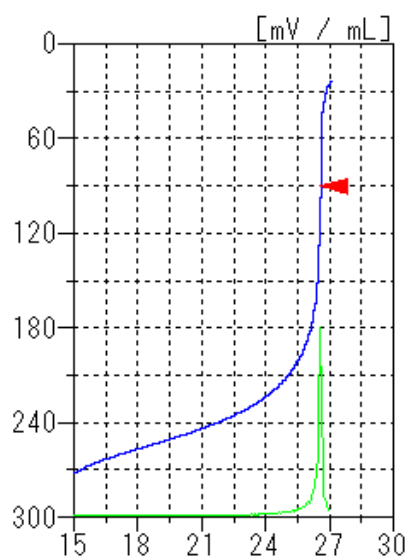
滴定条件例

主条件文件设置：1+2+3

条件 No.	1
方式	分注
分注仪 No.	1
开始时间	0 秒
分注量	15 mL

条件 No.	2
方式	分注
分注仪 No.	2
开始时间	60 秒
分注量	15 mL

条件 No.	3	计算式 No.	3	模式 No.	9
方式	突跃点检测	S:样品量	0 mL	平衡等待时间	0 秒
分注仪 No.	1	B:空白值 mL	0 mL	滴定系数	2
测定单元 No.	2	M:滴定剂浓度	0 mol/L	滴定灵敏度	0 mV
显示单位	mV	F:浓度校正因数	0.000	等待时间	5 秒
开始时间	10 秒	K:系数 1	0	等待灵敏度	3 mV
连续滴加 mL	8 mL	L:系数 2	0	滴加速度	2
反应时间	10 秒	结果单位		最小滴定体积	40
检测开始 mL	0 mL	计算公式	D/15		
检测灵敏度	400	小数点以下位数	4		
过量滴加 mL	0.3 mL				
最大滴定量 mL	20 mL				



滴定曲线例

测定结果

测定次数	滴定值(mL) [※]	滴定系数
1	27.444	1.8296
2	26.875	1.7917
3	26.557	1.7705
平均值	:	1.7973
标准偏差	:	0.0299
相对标准偏差(%)	:	1.67

※ 滴定值(mL)包括最初加入的 15mL。

(2) 草酸钴中钴的测定

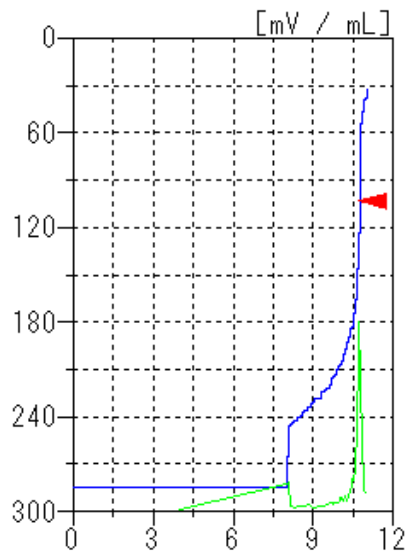
滴定条件例

主条件文件设置 : 4 + 5

条件 No.	4
方式	分注
分注仪 No.	2
开始时间	5 秒
分注量	15 mL

条件 No.	5		
方式	变曲点検出	计算式 No.	5
分注仪 No.	1	S:样品量	1.0043 g
测定单元 No.	2	B:空白值 mL	0 mL
显示单位	mV	M:滴定剂浓度	0 mol/L
开始时间	10 秒	F:浓度校正因数	0.000
连续滴加 mL	8 mL	K:系数 1 ※1	1.7973
反应时间	10 秒	L:系数 2 ※2	2.0202
检测开始 mL	0 mL	结果单位	%
检测灵敏度	400	计算公式	(15*K-D)*L/S
过量滴加 mL	0.3 mL	小数点以下位数	4
最大滴定量 mL	40 mL		
		模式 No.	9
		平衡等待时间	0 秒
		滴定系数	2
		滴定灵敏度	0 mV
		等待时间	5 秒
		等待灵敏度	3 mV
		滴加速度	2
		最小滴定体积	40

- ※1 对于系数 K，输入上一部分中测定得到的滴定系数的平均值。
- ※2 对于系数 L，输入钴标准溶液的浓度（根据称量值和钴的纯度计算得出的浓度：mg/mL）。



滴定曲线例

测定结果

测定次数	样品量 (g)	滴定值 (mL)	钴浓度 (%)	
1	1.0043	10.684	32.7390	
2		10.721	32.6646	
3		10.659	32.7893	
		平均值(%)	:	32.73
		标准偏差(%)	:	0.0627
		相对标准偏差(%)	:	0.19

5. 摘要

(1) 测定方法

该方法是基于钴(II)离子与铁氰化物离子($[\text{Fe}(\text{CN})]^{3+}$)在氨水存在下发生定量(摩尔比 = 1:1)氧化还原反应的滴定法。

(2) 添加钴标准溶液和铁氰化钾标准溶液的方法。

在开始测定时, 必须精确加入 15mL 的钴标准溶液和 15mL 的铁氰化钾标准溶液。根据 GB/T 标准, 这些标准溶液在滴定前会事先加入并置于滴定装置中。在这个测定实例中, 增加了一个分注仪, 通过分注仪添加标准溶液, 使测定过程更加自动化并节省人力。

关键词: 钴、铁氰化钾、氧化还原滴定、GB/T 23273.1