

文章编号: 1003-1480 (2003) 04-0051-03

CP 药剂中钴含量测定方法研究

齐引棉, 李书泉

(中国兵器工业第 213 研究所, 陕西 西安, 710061)

摘 要: 介绍了容量法测定 CP 药剂中钴含量的基本原理、不同条件下的反应机理; 分析了影响准确度的因素, 选择适宜的定量反应条件; 提高了分析方法的准确度。为新型火工钝感药剂建立了准确、可靠的钴含量测定方法。

关键词: CP 药剂; 钴含量; 准确度; 测定方法

中图分类号: TJ450

文献标识码: A

Study on the Determination Method of the Content of Composition CP

QI Yin-mian, LI Shu-quan

(The 213th Research Institute of China Ordnance Industry, Xi'an, 710061)

Abstract: The paper introduces the basic principle of volumetric method used in the determination of the content of Co in composition CP. The paper also analyse the reaction mechanism under different condition and the factors that influencing the accuracy of the method. Through the selecting of appropriate reaction condition, the results' accuracy and precision are improved.

Key words: Composition CP; Content of Co; Accuracy; Determination method

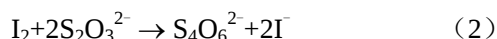
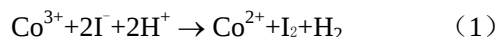
CP 是中国兵器工业第 213 研究所近年来研制的一种新型钝感火工品药剂, 化学名称为: 2-(5-氰基四唑)五氨合钴高氯酸盐(简称 CP)。分子式为: $\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{N}_4\text{C}_2\text{N}(\text{ClO}_4)_2$, 分子量为: 436.98, w_{Co} 的计算值为: 13.48%。

由于 CP 是一种复杂的螯合物, 关于它的化学成分测定未见详细报道。笔者在设计该药剂中钴含量测定方法的方案时, 参考有关文献资料, 选用了氧化还原滴定法。但是该方法在应用时必须严格控制反应条件, 否则难以保证结果的准确性。为了提高该方法的准确度, 首先深入探讨了反应机理, 分析了产生误差的原因, 寻求解决方法, 从而达到准确定量的目的。

1 反应机理的探讨

1.1 CP 药剂中钴含量测定的基本原理

试样在碱性条件下分解, Co^{3+} 在酸性介质中与过量的碘化钾发生氧化还原反应, 生成 Co^{2+} 和 I_2 , 过量的 I_2 用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定, 以淀粉溶液作指示剂, 根据消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积计算其钴的含量。主反应式为:



收稿日期: 2003-06-10

作者简介: 齐引棉 (1955-), 女, 高级工程师, 主要从事理化分析研究工作。

1.2 不同条件下的反应机理

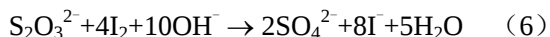
碘量法的主要反应原理是利用碘的氧化性和碘离子的还原性进行定量分析。反应方程式为:



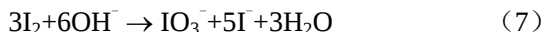
但是该反应在不同的酸碱性条件下有不同的反应形式, 一般在中性或弱酸性条件下的反应式为:



如果在碱性条件下进行会产生下列副反应:

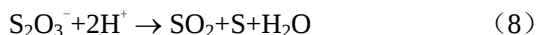


而且 I_2 会被碱溶液分解, 反应式为:

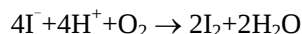


使测定结果偏低。

如果在强酸性条件下进行会使 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 发生分解, 产生另一种副反应:



而且 I^- 在酸性条件下容易被空气中的氧所氧化, 反应式为:



这样会使测定结果偏高。

由上述反应机理可以看出, 应用氧化还原法测钴含量的关键因素就是要严格控制反应时溶液的酸碱度。这样在定量反应时, 可以防止副反应产生, 消除分析误差, 从而提高了分析结果的准确度。

2 提高准确度的方法

2.1 酸度条件的选择

称取精制干燥的样品 0.2g (精确到 0.000 2g) 若干份, 分别于 250mL 碘量瓶中, 20mL 的水, 10mL 10% 的 NaOH 溶液在水浴上加热, 使样品完全分解。冷却后, 加入 2~3g 碘化钾试剂和不同量的盐酸溶液, 立即盖上瓶塞置于暗处放置 5min, 用 0.1M 的硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至近终点时, 加入 5mL 0.5% 的淀粉指示剂, 继续滴定至终点。根据消耗的硫代硫酸钠标准溶液的体积计算钴的质量百分数。结果见表 1。

表 1 选择酸度试验结果

序 号	1	2	3	4	5	6	7	8
加入盐酸量 / mL	1.0	2.0	3.0	4.0	5.0	6.0	8.0	10.0
CP-1 测定 w_{Co} / %	10.09	12.84	13.40	13.40	13.58	14.60	19.25	22.80
CP-2 测定 w_{Co} / %	10.10	12.79	13.42	13.44	13.60	14.58	19.30	22.90
与理论量差值 / %	-3.4	-0.7	-0.1	-0.1	+0.1	+1.1	+5.8	+9.4

由表 1 可以看出, 盐酸加入量的最佳范围是 3~5mL, 这时测定的钴含量误差较小, 准确度较高。因此, 严格控制盐酸的浓度, 保证了 CP 药剂中钴含量测定时的最佳定量反应条件, 可提高分析结果的准确度。

2.2 防止碘损失的方法

为了保证分析结果的准确度, 还应防止碘的挥发。加入过量的碘化钾, 通过增加碘离子浓度, 使碘离子与氧化剂作用完全, 并使反应中生成的碘与足够的碘离子结合生成易溶于水的 I_3^- , 从而难以挥发。通过试验和参考资料, 确定加入量一

除此之外, 还应减少 I_2 损耗, 为了防止 I^- 被空气中的氧所氧化, 应在滴定时避光, 而且滴定速度要稍快。

3 方法验证

对 CP-精-1 批及不同批次的试样测定结果的准确度、精密度进行了计算, 结果见表 2~3。

由表 2 看出, 分析结果的准确度和精密度都比较高。

般比理论量多 2~3 倍。

表 2 CP-精-1 批试样测定的准确度与精密度结果

测定次数	1	2	3	4	5
测定的 $w_{Co} / \%$	13.40	13.41	13.45	13.40	13.42
$\bar{w}_{Co} / \%$			13.42		
$w_{Co \text{ 理论}} / \%$			13.48		
绝对误差 $/ \%$	0.08	0.07	0.03	0.08	0.06
绝对偏差 $/ \%$	0.02	0.01	0.03	0.02	0
标准偏差			0.02		
允许偏差 $/ \%$			0.15		

表 3 不同批次试样的测定结果

试样批号	w_{Co}	$\bar{w}_{Co}$	平行差	绝对误差
	$/ \%$	$/ \%$	$/ \%$	$/ \%$
CP-精-1	13.21	13.35	13.28	0.14
CP-精-2	13.55	13.52	13.54	0.03
CP-精-3	13.27	13.37	13.32	0.10
CP-精-6	13.45	13.35	13.40	0.10
CP-精-7	13.33	13.40	13.37	0.07
CP-精-8	13.49	13.64	13.56	0.15

由表 3 的平行差可看出分析结果的精密度比较

高, 由理论值与测定值计算的绝对误差表明分析结果的准确度也高。

4 结论

大量的试验数据表明, 通过对药剂中钴含量测定在不同条件下反应机理的探讨, 判断误差来源; 用简单、可靠的试验方法选择和控制了酸度范围及定量反应条件, 有效的提高了分析方法的准确度。为新型火工药剂中钴含量测定建立了准确、可靠、科学的分析方法, 而且可继续应用于系列钝感药剂及中间产物 BNCP、CNCT、APCP 等的钴含量的测定。

参考文献:

- [1] 盛涤伦等. 2-(5-氰基四唑) 五氨合钴高氯酸盐的制备 [J]. 火工品, 1991, (4).
- [2] 陈寿椿. 重要无机化学反应 [M]. 上海: 科学技术出版社, 1982.
- [3] 武汉大学主编. 分析化学 [M]. 北京: 高等教育出版社, 1982.

《火工品》征订启事

- 国内唯一的火工与烟火(烟花)专业的综合性技术刊物。
- 国内统一刊号为 CN61-1179/TJ, 国际标准刊号为 ISSN1003-1480
- 武器工业类核心期刊(《中文核心期刊要目总览》2000 年版)
- 国家科委《科技论文统计与分析》用刊
- 美国《化学文摘》摘录源刊

火工品是武器弹药、航空航天、矿山开采、石油开采、工程爆破、建筑物拆除、森林采伐、灭火装置、爆炸焊接及加工以及烟花爆竹不可缺少的能源及动力源。

刊登内容: 主要刊登国内外军民用火工品与烟火的新技术、新产品、药剂配方、加工工艺、分析测试方法、国内外烟花及国内外科研生产发展水平及动态。

主要栏目: 研究论文、专题报告、文献综述、国内外烟花、民用爆破、经验交流、新产品新技术介绍、安全管理、火工烟火及化工专业民品信息。

读者对象: 可供从事本专业及有关民用部门的科研、生产、使用、设计、管理等各类人员及有关的大专院校师生阅读与参考。

《火工品》为大 16K, 季刊, 全年定价 30 元, 您可信汇或邮寄, 请注明具体份数、详细收刊地址。

欢迎各单位及广大读者积极投稿、踊跃订阅。

开户银行: 工商银行陕西分行营业部

帐号: 3700020109088101414

收款单位: 中国兵器工业第二一三研究所

通信地址: 西安市 99 号信箱《火工品》编辑部

史红漫

邮政编码: 710061

联系电话: (029) 85333475

E-mail: huogongpin@sina.com.cn。