

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4520—XXXX

代替 HG/T 4520-2013

工业碳酸钴

Cobalt carbonate for industrial use

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替HG/T 4520—2013《工业碳酸钴》，与HG/T 4520—2013相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 删除了分型（见2013年版的第4章）；
- 增加了“干燥减量、砷、硫酸盐及磁性异物（一等品）”项目、指标及试验方法（见5.1、6.4、6.5、6.9、6.10）；
- 更改了“氯化物、铁、铜、锰、锌、钙、镁、铅、铝、铬”指标（见5.1）；
- 删除了“锂”项目、指标及试验方法（见2013年版的5.2、6.5）；
- 修改了硅含量试验方法（见6.5，2013年版的6.8）

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员会（SAC/TC63/SC1）归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件所代替文件的历次版本发布情况为：

- HG/T 4520—2013 首次发布；
- 本次为第一次修订。

# 工业碳酸钴

## 1 范围

本文件规定了工业碳酸钴的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存。

本文件适用于工业碳酸钴。

注：该产品主要用作电池材料前驱体、石化行业催化剂、陶瓷工业着色剂、采矿行业选矿剂、伪装涂料和化学温度指示剂等，用于生产其它钴盐、氧化钴及金属钴的原料。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示方法和判定

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第1部分：标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第2部分：杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第3部分：制剂及制品的制备

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 分子式和相对分子质量

分子式： $\text{CoCO}_3$

相对分子质量：118.94（按2018年国际相对原子质量）

## 5 要求

5.1 外观：为红色颗粒状粉末。

5.2 工业碳酸钴按本文件规定的试验方法检测应符合表 1 的规定。

表1 技术要求

项 目		指标	
		一等品	合格品
钴 (Co) w/%	≥	46.0	
干燥减量 w/%	≤	5.0	
镍 (Ni) w/%	≤	0.001 5	0.003 0
铁 (Fe) w/%	≤	0.001 5	0.002 5
铜 (Cu) w/%	≤	0.001 0	0.001 5
锰 (Mn) w/%	≤	0.001 0	0.003 0
锌 (Zn) w/%	≤	0.001 0	0.002 0
钙 (Ca) w/%	≤	0.001 5	0.004 0
镁 (Mg) w/%	≤	0.002 0	0.004 0
钠 (Na) w/%	≤	0.002 0	0.005 0
铅 (Pb) w/%	≤	0.001 0	0.003 0
镉 (Cd) w/%	≤	0.001 0	0.001 5
铝 (Al) w/%	≤	0.001 0	0.002 0
铬 (Cr) w/%	≤	0.001 0	0.002 0
硅 (Si) w/%	≤	0.002 0	0.003 0
砷 (As) w/%	≤	0.001 0	0.002 0
氯化物 (以 Cl 计) w/%	≤	0.025	0.025
硫酸盐 (以 SO <sub>4</sub> 计) w/%	≤	0.10	0.25
磁性异物 (MI) w/%	≤	0.000 01	——

## 6 试验方法

警示：本试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性，操作时须小心谨慎！必要时，需在通风橱中进行。如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗，严重者应立即就医。

### 6.1 一般规定

本文件所用的试剂和水，在没有注明其它要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。试验中所用的标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂和制品，在没有注明其它规定时，均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2 和 HG/T 3696.3 的规定制备。

### 6.2 外观检验

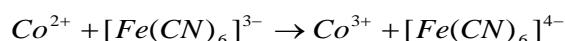
在自然光下，于白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法判定外观。

### 6.3 钴含量的测定

#### 6.3.1 电位滴定法（仲裁法）

##### 6.3.1.1 原理

在氨性溶液中，用铁氰化钾将 Co(II) 氧化为 Co(III)，过量的铁氰化钾以 Co(II) 标准滴定溶液返滴定。



### 6.3.1.2 试剂或材料

#### 6.3.1.2.1 氯化铵。

#### 6.3.1.2.2 盐酸溶液：1+1。

6.3.1.2.3 氨水-柠檬酸铵混合溶液，称取 50 g 柠檬酸铵，溶于水，加入 350 mL 氨水，用水稀释至 1000 mL，混匀。

6.3.1.2.4 钴标准滴定溶液： $\rho(\text{Co})=3 \text{ g/L}$ ，称取 3.000 g 金属钴(钴质量分数不小于 99.98 %)，精确至 0.000 2 g，置于 400 mL 烧杯中，加少量水润湿，缓缓加入 30 mL 硝酸溶液(1+1)，加热至全部溶解，冷却室温后，全部转移至 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

6.3.1.2.5 铁氰化钾标准滴定溶液： $c(\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]) \approx 0.05 \text{ mol/L}$ ，按下列步骤进行配制、标定及试验数据处理：

- a) 配制：称取约 17 g 铁氰化钾溶解于水中，过滤，用水稀释至 1000 mL，摇匀；
- b) 标定：用移液管移取 20 mL 铁氰化钾溶液，置于 250 mL 烧杯中，加 5 g 氯化铵，80 mL 氨水-柠檬酸铵混合液，置于磁力搅拌器上搅拌。在已调节好的自动电位滴定仪上，以铂电极为指示电极、钨电极为参比电极，用钴标准滴定溶液滴定至突跃终点；
- c) 试验数据处理：铁氰化钾标准滴定溶液浓度以  $c$  计，数值以摩尔每升(mol/L)表示，按公式(1)计算：

$$c = \frac{V_1 \rho}{VM} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$V_1$ ——滴定试验溶液消耗钴标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升(mL)；

$\rho$ ——钴标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为克每升(g/L)；

$V$ ——移取铁氰化钾标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升(mL)；

$M$ ——钴(Co)的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)( $M=58.93$ )。

两人同时做三平行，每人三平行测定结果的极差与平均值之比不应大于0.2%，两人测定平均值之差与两人平均结果之比不应大于0.2%。结果取平均值，保留四位有效数字。

### 6.3.1.3 仪器设备

自动电位滴定仪：带有磁力搅拌器、213 型铂电极、215 型钨电极。

### 6.3.1.4 试验步骤

称取约 1.2 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于 150 mL 烧杯中，加少量水湿润，加 20 mL 盐酸溶液，于电炉上加热至完全溶解，低温蒸发至湿盐状。取下，冷却，加水并煮沸使其全部溶解，冷却后，全部转移至 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

用移液管移取 25 mL 铁氰化钾标准滴定溶液于 250 mL 烧杯中，加 5 g 氯化铵，80 mL 氨水-柠檬酸铵混合液，置于磁力搅拌器上搅拌。然后用移液管准确加入 25 mL 试样溶液，在已调节好的自动电位滴定仪上，以铂电极为指示电极、钨电极为参比电极，用钴标准滴定溶液滴定至电位突跃点，即为终点。

### 6.3.1.5 试验数据处理

钴含量以钴（Co）的质量分数  $w_1$  计，按公式（2）计算：

$$w_1 = \frac{(V_1 c M - V_2 \rho) \times 10^{-3}}{m \times 25/250} \times 100\% \quad (2)$$

式中：

$V_1$ ——准确加入铁氰化钾标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

$c$ ——铁氰化钾标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

$M$ ——钴（Co）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=58.93$ ）；

$V_2$ ——滴定过量铁氰化钾标准滴定溶液消耗钴标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

$\rho$ ——钴标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为克每升（g/L）；

$m$ ——试料质量的数值，单位为克（g）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2 %。

### 6.3.2 EDTA 滴定法

#### 6.3.2.1 原理

加入过量的乙二胺四乙酸二钠（EDTA）与钴发生络合反应，以二甲酚橙为指示剂，用氯化锌标准滴定溶液滴定溶液至紫红色即为终点。

#### 6.3.2.2 试剂或材料

6.3.2.2.1 盐酸溶液：1+1。

6.3.2.2.2 乙酸钠溶液：189 g/L。

6.3.2.2.3 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液： $c(\text{EDTA}) \approx 0.05 \text{ mol/L}$ 。

6.3.2.2.4 氯化锌标准滴定溶液： $c(\text{ZnCl}_2) \approx 0.05 \text{ mol/L}$ 。

6.3.2.2.5 二甲酚橙指示液（2 g/L）。

#### 6.3.2.3 试验步骤

称取约 1.2 g~1.5 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于 150 mL 烧杯中，加少量水湿润，加入 20 mL 盐酸溶液，于电炉上加热溶解并煮沸。冷却后，全部转移至 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

用移液管移取 25 mL 试验溶液置于 250 mL 锥形瓶中，用滴定管准确加入 35.00 mL 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液，煮沸 1 min。冷却后加 15 mL 乙酸钠溶液、2 滴二甲酚橙指示液（2 g/L），用氯化锌标准滴定溶液滴定至紫红色，即为终点。

同时同样做空白试验，空白试验溶液除不加试样外，其他加入试剂的种类和量与试验溶液相同。

#### 6.3.2.4 试验数据处理

钴含量以钴（Co）的质量分数  $w_1$  计，按公式（3）计算：

$$w_1 = \frac{(V_0 - V_1) c M \times 10^{-3}}{m \times 25/250} \times 100\% \quad (3)$$

式中：

$V_0$ ——滴定空白试验溶液消耗氯化锌标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

$V_1$ ——滴定试验溶液消耗氯化锌标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

$c$ ——氯化锌标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

$M$ ——钴（Co）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=58.93$ ）；

$m$ ——试料质量的数值，单位为克（g）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2 %。

## 6.4 干燥减量的测定

### 6.4.1 原理

试样在  $80\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  的电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定，根据干燥前后试样减少的质量，确定干燥减量。

### 6.4.2 仪器设备

6.4.2.1 称量瓶： $\Phi 50\text{ mm}\times 30\text{ mm}$ 。

6.4.2.2 电热恒温干燥箱：温度能控制在  $80\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

### 6.4.3 试验步骤

用已于  $80\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  下干燥至质量恒定的称量瓶，称取约 5 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于电热恒温干燥箱中，在  $80\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  下干燥至质量恒定。

### 6.4.4 试验数据处理

干燥减量以质量分数  $w_2$  计，按公式（4）计算：

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中：

$m_1$ ——干燥前试料和称量瓶质量的数值，单位为克（g）；

$m_2$ ——干燥后试料和称量瓶质量的数值，单位为克（g）；

$m$ ——试料质量的数值，单位为克（g）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2 %。

## 6.5 镍、铁、铜、锰、锌、钙、镁、镉、铝、铬、硅和砷含量的测定

### 6.5.1 原理

在硝酸介质中，采用标准曲线法，用电感耦合等离子体发射光谱仪测定待测元素的含量。

### 6.5.2 试剂或材料

6.5.2.1 硝酸溶液：1+1，用优级纯试剂配制。

6.5.2.2 钴基体溶液（镍、铁、铜、锰、锌、钙、镁、钠、铅、镉、铝、铬、硅和砷质量分数均不大于 0.000 2 %）： $\rho(\text{Co})\approx 46\text{ g/L}$ ，称取约 46 g 金属钴（钴质量分数不小于 99.98 %），精确至 0.01 g，置

于 400 mL 烧杯中，加少量水润湿，缓缓加 150 mL 硝酸溶液，加热至全部溶解，冷却室温后，全部转移至 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

**6.5.2.3 镍（Ni）、铁（Fe）、铜（Cu）、锰（Mn）、锌（Zn）、钙（Ca）、镁（Mg）、镉（Cd）、铝（Al）、铬（Cr）、硅（Si）和砷（As）混合标准溶液：**1 mL 含镍（Ni）、铁（Fe）、铜（Cu）、锰（Mn）、锌（Zn）、钙（Ca）、镁（Mg）、镉（Cd）、铝（Al）、铬（Cr）、硅（Si）、砷（As）各 0.01 mg，用移液管分别移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的镍（Ni）、铁（Fe）、铜（Cu）、锰（Mn）、锌（Zn）、钙（Ca）、镁（Mg）、镉（Cd）、铝（Al）、铬（Cr）、硅（Si）、砷（As）标准溶液，置于同一个 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液现用现配。

**6.5.2.4 水：**符合 GB/T 6682—2008 表 1 中规定的二级水。

### 6.5.3 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪。

### 6.5.4 试验步骤

#### 6.5.4.1 标准曲线的绘制

用移液管移取 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL 混合标准溶液，分别置于 6 个 100 mL 容量瓶中，加 10 mL 钴基体溶液、2 mL 硝酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

将电感耦合等离子体发射光谱仪调至最佳工作条件，以标准空白溶液调零，于表 2 中给出的各待测元素推荐波长处，测定其标准溶液的光谱强度。以每个标准溶液中待测元素的质量（mg）为横坐标，对应的光谱强度为纵坐标，分别绘制各待测元素标准曲线。

表2 待测元素推荐波长

杂质元素	镍	铁	铜	锰	锌	钙
波长/nm	221.647	259.940	324.754	257.610	206.191	396.847
杂质元素	镁	镉	铝	铬	硅	砷
波长/nm	279.553	214.438	396.153	267.716	251.612	193.696

#### 6.5.4.2 试验

称取约 1 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于 100 mL 烧杯中，加适量水润湿，加 2 mL 硝酸溶液，搅拌使其溶解，全部转移至 100 mL 容量瓶中，加水至刻度，摇匀。测定试验溶液中各待测元素的光谱强度，根据各待测元素的光谱强度，分别从标准曲线上查出相应的各待测元素的质量。保留此试验溶液用于钠、铅含量的测定。

### 6.5.5 试验数据处理

待测元素含量以待测元素的质量分数  $w_i$  计，按公式（5）计算：

$$w_i = \frac{m_i \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (5)$$

式中：

$m_i$ ——从标准曲线上查出试验溶液中待测元素的质量的数值，单位为毫克（mg）；

$m$ ——试料质量的数值，单位为克（g）。



取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于算术平均值的10%。

## 6.6 钠含量的测定

### 6.6.1 原理

在硝酸介质中，采用标准曲线法，用空气—乙炔火焰于原子吸收分光光度计 589.0 nm 波长处，测定钠含量。

### 6.6.2 试剂或材料

6.6.2.1 硝酸溶液：1+1，用优级纯试剂配制。

6.6.2.2 钠（Na）标准溶液：1 mL 含钠（Na）0.01 mg，用移液管分别移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的钠（Na）标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液现用现配。

6.6.2.3 水：符合 GB/T 6682—2008 表 1 中规定的二级水。

### 6.6.3 仪器设备

原子吸收分光光度计：配有钠空心阴极灯。

### 6.6.4 试验步骤

#### 6.6.4.1 标准曲线的绘制

用移液管移取 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL 钠（Na）标准溶液，分别置于 6 个 100 mL 容量瓶中，加 10 mL 钴基体溶液（见 6.5.2.2）、2 mL 硝酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。将原子吸收分光光度计调至最佳工作条件，以标准空白溶液调零，于波长 589.0 nm 处，测定标准溶液的吸光度。以钠质量（mg）为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

#### 6.6.4.2 试验

在原子吸收分光光度计上测定试验溶液（见 6.5.4.2）的吸光度，根据测得的吸光度，从标准曲线上查出相应的钠的质量。

### 6.6.5 试验数据处理

钠含量以钠（Na）质量分数  $w_3$  计，按公式（6）计算：

$$w_3 = \frac{m_1}{m} \times 100\% \quad (6)$$

式中：

$m_1$ ——从标准曲线上查出试验溶液中钠的质量的数值，单位为毫克（mg）；

$m$ ——试料（见 6.5.4.2）质量的数值，单位为克（g）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于算术平均值的10%。

## 6.7 铅含量的测定

### 6.7.1 原理

在硝酸介质中，采用标准曲线法，用空气-乙炔火焰于原子吸收分光光度计283.3 nm波长处，测定铅含量。

## 6.7.2 试剂或材料

6.7.2.1 硝酸溶液：1+1，用优级纯试剂配制。

6.7.2.2 铅标准溶液：1 mL 溶液含铅（Pb）0.01 mg，用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的铅（Pb）标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.7.2.3 水：符合 GB/T 6682—2008 中规定的二级水。

## 6.7.3 仪器设备

原子吸收分光光度计：配有铅空心阴极灯。

## 6.7.4 试验步骤

### 6.7.4.1 标准曲线的绘制

用移液管分别移取0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL铅标准溶液，分别置于6个100 mL容量瓶中，加10 mL钴基体溶液（见6.5.2.2）、2 mL硝酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。将原子吸收分光光度计调至最佳工作条件，以标准空白溶液调零，于波长283.3 nm处，测定标准溶液的吸光度。以铅质量（mg）为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

### 6.7.4.2 试验

在原子吸收分光光度计上测定试验溶液（见6.5.4.2）的吸光度，根据测得的吸光度，从标准曲线上查出相应的铅的质量。

## 6.7.5 试验数据处理

铅含量以铅（Pb）质量分数 $w_4$ 计，按公式（7）计算：

$$w_4 = \frac{m_1}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (7)$$

式中：

$m_1$ ——从标准曲线上查出试验溶液中铅的质量的数值，单位为毫克（mg）；

$m$ ——试料（见 6.5.4.2）质量的数值，单位为克（g）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于算术平均值的10 %。

## 6.8 氯化物含量的测定

### 6.8.1 原理

在硝酸介质中，氯离子与银离子生成氯化银白色沉淀，与同方法处理的氯标准比浊溶液比较。

### 6.8.2 试剂或材料

6.8.2.1 硝酸溶液：1+1。

#### 6.8.2.2 硝酸银溶液（17 g/L）。

6.8.2.3 氯（Cl）标准溶液：1 mL 溶液含氯（Cl）0.01 mg，用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的氯标准液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液现用现配。

### 6.8.3 试验步骤

#### 6.8.3.1 无氯化物的工业碳酸钴溶液的制备

称取  $1.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$  试样，置于 50 mL 烧杯中，加少量水润湿，加入 2 mL 硝酸溶液，搅拌使其全部溶解，然后加 5 mL 硝酸银溶液，再转移至 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。放置 12 h~18 h，干过滤于棕色瓶中保存，如发生浑浊应重新配制。

#### 6.8.3.2 试验

称取  $1.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$  试样，置于 50 mL 烧杯中，加少量水润湿，加入 5 mL 硝酸溶液，搅拌使其溶解，全部转移至 100 mL 容量瓶中，加水至刻度，摇匀。用移液管移取 10 mL，置于 25 mL 比色管中，加 3 mL 硝酸银（17 g/L）溶液，用水稀释至刻度，摇匀。放置 10 min，所呈浊度不应大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液是用移液管移取 10 mL 无氯化物的工业碳酸钴溶液和 2.50 mL 氯（Cl）标准溶液，置于 25 mL 比色管中，加 3 mL 硝酸银（17 g/L）溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

### 6.9 硫酸盐含量的测定

#### 6.9.1 原理

在盐酸介质中，加氯化钡与试验溶液中的硫酸根离子生成白色沉淀，与同方法处理的硫酸盐标准比浊溶液进行比较。

#### 6.9.2 试剂或材料

6.9.2.1 95 % 乙醇。

6.9.2.2 盐酸溶液：1+1。

6.9.2.3 氯化钡溶液：250 g/L。

6.9.2.4 硫酸盐（ $\text{SO}_4$ ）标准溶液：1 mL 溶液含硫酸盐（以  $\text{SO}_4$  计）0.01 mg，用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的硫酸盐标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液现用现配。

### 6.9.3 试验步骤

#### 6.9.3.1 无硫酸盐的碳酸钴溶液的制备

称取  $1.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$  试样，置于 50 mL 烧杯中，加少量水润湿，加 5 mL 盐酸溶液，搅拌使其全部溶解，再加 10 mL 乙醇，在不断振摇下，滴加 10 mL 氯化钡溶液，然后全部转移至 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。放置 12 h~18 h，干过滤于棕色瓶中。

#### 6.9.3.2 试验

称取  $1.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$  试样，置于 50 mL 烧杯中，加少量水润湿，加 5 mL 盐酸溶液，搅拌使其全部溶解后，全部转移至 100 mL 容量瓶中，加水至刻度，摇匀。用移液管移取 5 mL 试验溶液，置于 25 mL 比色管中，加 5 mL 乙醇，在不断振摇下，滴加 3 mL 氯化钡溶液，用水稀释至刻度，摇匀。放置 10 min，所呈浊度不应大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液是用移液管移取要求量的硫酸盐( $\text{SO}_4$ )标准溶液(一等品 5.00 mL，合格品 12.50 mL)和 5 mL 无硫酸盐的碳酸钴溶液，置于 25 mL 比色管中，加 5 mL 乙醇，在不断振摇下，滴加 3 mL 氯化钡溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

## 6.10 磁性异物含量的测定

### 6.10.1 原理

试样打浆后，用磁棒吸附铁、镍、锌和铬后，加入盐酸、硝酸溶解，采用标准曲线法，用电感耦合等离子体发射光谱仪测定镍、铁、锌和铬含量，通过计算得到磁性异物含量。

### 6.10.2 试剂或材料

6.10.2.1 硝酸：优级纯。

6.10.2.2 盐酸：优级纯。

6.10.2.3 硝酸溶液：1+1，用优级纯试剂配制。

6.10.2.4 镍、铁、锌、铬混合标准溶液：1 mL 含镍、铁、锌、铬各 0.01 mg，用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的镍、铁、锌、铬标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液现用现配。

6.10.2.5 水：符合 GB/T 6682—2008 表 1 中规定的二级水。

### 6.10.3 仪器设备

6.10.3.1 混样器，如图 1 所示。

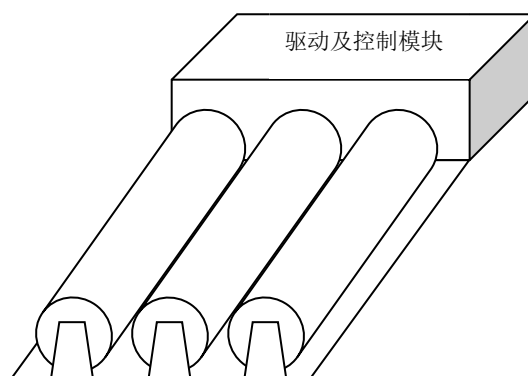


图1 混样器

6.10.3.2 超声波清洗机。

6.10.3.3 可密封塑料瓶：500 mL。

6.10.3.4 磁棒：圆柱形，Φ17\*55，聚四氟乙烯涂层密封，磁场强度为不小于 5000 Gs。

6.10.3.5 电感耦合等离子体发射光谱仪。

#### 6.10.4 试验步骤

##### 6.10.4.1 标准曲线的绘制

用移液管分别移取 0.00 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL 混合标准溶液，置于 6 个 50 mL 容量瓶中，2 mL 硝酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

将电感耦合等离子体发射光谱仪调至最佳工作条件，以标准空白溶液调零，于表 3 中给出的各待测元素推荐波长处，测定其标准溶液的光谱强度。以每个标准溶液中待测元素的质量（mg）为横坐标，对应的光谱强度为纵坐标，分别绘制各待测元素标准曲线。

表3 待测元素推荐波长

磁性元素	镍	铁	锌	铬
测定波长/nm	231.604	259.940	206.191	267.716

##### 6.10.4.2 试验

称取约 200 g 试样，精确至 0.01 g，置于 500 mL 可密封的塑料瓶中，加入约 300 mL 水，放入磁棒，盖上瓶盖拧紧，手摇 1min 后，置于混样器上混匀 30 min（转速为 100 rpm）。混合吸附结束后，用磁铁在容器外侧将磁棒吸附住，倒掉溶液，用水冲洗干净磁棒，加水超过磁棒，用超声波洗涤 10 s，弃去超声洗涤水，再如此重复洗涤三次。将磁棒转入聚四氟乙烯烧杯中，加入 10 mL 盐酸，3.3 mL 硝酸，加入 40 mL 水，盖上表面皿，在电热板上加热煮沸至 20 mL 左右时（约 45 min）取下，冷却至室温后，将溶液全部转移至 50 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。测定试验溶液中各待测元素的光谱强度，并根据测得的光谱强度，分别从标准曲线上查出相应的各待测元素的质量。

##### 6.10.5 试验数据处理

磁性异物含量以质量分数  $w_5$  计，按公式（8）计算：

$$w_5 = \frac{(m_{Ni} + m_{Fe} + m_{Zn} + m_{Cr}) \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \quad (8)$$

式中：

$m_{Ni}$ ——从标准曲线上查出的试验溶液中镍的质量的数值，单位为毫克（mg）；

$m_{Fe}$ ——从标准曲线上查出的试验溶液中铁的质量的数值，单位为毫克（mg）；

$m_{Zn}$ ——从标准曲线上查出的试验溶液中锌的质量的数值，单位为毫克（mg）；

$m_{Cr}$ ——从标准曲线上查出的试验溶液中铬的质量的数值，单位为毫克（mg）；

$m$  ——试料质量的数值，单位为克（g）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于算术平均值的 20 %。

## 7 检验规则

7.1 本文件规定的所有指标项目为出厂检验项目，应逐批检验。

7.2 生产企业用相同材料，基本相同的生产条件，连续生产或同一班组生产的同一等级的工业碳酸钴为一批。每批产品不超过 5 t。

7.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时，将采样器自袋的中心垂直插入至料层深度的 3/4 处采样。将采出的样品混匀，用四分法缩分至不少于 500 g。将样品分装于两个清洁、干燥的容器中，密封，并粘贴标签，注明生产厂名、产品名称、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一份供检验用，另一份保存备查，保存时间根据生产企业需求确定。

7.4 采用 GB/T 8170 规定修约值比较法判断检验结果是否符合本文件。

7.5 检验结果如有指标不符合本文件要求，应重新自两倍量的包装中采样进行复验，复验结果即使只有一项指标不符合本文件的要求时，则整批产品为不合格。

## 8 标志、标签

8.1 工业碳酸钴包装桶上应有牢固清晰的标志，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、等级、净含量、批号或生产日期、本文件编号及 GB/T 191—2008 中规定的“怕雨”标志。

8.2 每批出厂的工业碳酸钴产品都应附有质量证明书，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、等级、净含量、批号或生产日期、本文件编号。

## 9 包装、运输、贮存

9.1 工业碳酸钴采用双层包装，内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋，外包装采用塑料编织袋。包装内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳扎口，或用与其相当的其他方式封口。外袋采用缝包机缝合，缝合牢固，无漏缝或跳线现象。每袋净含量为 25 kg，也可根据用户要求的规格进行包装

9.2 工业碳酸钴在运输过程中应有遮盖物，防止雨淋、受潮。严禁与酸性物质混运。

9.3 工业碳酸钴应贮存在通风、阴凉、干燥的库房内，防止雨淋、受潮。严禁与酸性物质混贮。