

ICS 71.060.50
G 12
备案号:41838—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4520—2013

工业碳酸钴

Cobalt carbonate for industrial use

2013-10-17 发布

2014-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC63/SC1)归口。

本标准主要起草单位：浙江华友钴业股份有限公司、中海油天津化工研究设计院、深圳市格林美高新技术股份有限公司、江西核工业兴中科技有限公司。

本标准主要起草人：陈雪华、弓创周、闫梨、杜兴胜、谢柏华、谭翠丽、陈小娟。

工业碳酸钴

1 范围

本标准规定了工业碳酸钴的分型、要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于钴精矿和钴废料回收生产的工业碳酸钴,主要用作生产其它钴盐、氧化钴及金属钴的原料,陶瓷工业中用作着色剂,采矿行业中用作选矿剂,有机工业用于制造催化剂、伪装涂料和化学温度指示剂,农业上用作微量元素肥料等。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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、试剂及制品的制备 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、试剂及制品的制备 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、试剂及制品的制备 第3部分:试剂及制品的制备

3 分子式和相对分子质量

分子式: CoCO_3

相对分子质量: 118.93(按 2011 年国际相对原子质量)

4 分型

按工业碳酸钴的生产原料不同,将其分为两种型号:Ⅰ型(钴精矿生产)、Ⅱ型(钴废料回收生产)。

5 要求

5.1 外观:为红色颗粒状粉末。

5.2 工业碳酸钴按本标准的试验方法检测应符合表1技术要求。

表 1 技术要求

项 目		指 标			
		I 型		II 型	
		一等品	合格品	一等品	合格品
钴(Co)w/%	≥	46.0		46.0	
镍(Ni)w/%	≤	0.001 5	0.003 0	0.002 0	0.003 0
铁(Fe)w/%	≤	0.001 5	0.003 0	0.002 0	0.003 0
铜(Cu)w/%	≤	0.001 5	0.003 0	0.001 5	0.003 0
锰(Mn)w/%	≤	0.001 5	0.005 0	0.001 5	0.005 0
锌(Zn)w/%	≤	0.001 5	0.003 0	0.001 5	0.003 0
钙(Ca)w/%	≤	0.002 0	0.004 0	0.002 0	0.004 0
镁(Mg)w/%	≤	0.002 0	0.005 0	0.002 0	0.005 0
钠(Na)w/%	≤	0.002 0	0.005 0	0.002 0	0.005 0
铅(Pb)w/%	≤	0.002 0	0.003 0	0.002 0	0.003 0
硅(Si)w/%	≤	0.002 0	0.003 0	0.002 0	0.003 0
镉(Cd)w/%	≤	—	—	0.001 0	0.001 5
铝(Al)w/%	≤	—	—	0.001 5	0.003 0
铬(Cr)w/%	≤	—	—	0.001 5	0.003 0
锂(Li)w/%	≤	—	—	0.001 5	0.003 0
氯化物(以 Cl 计)w/%	≤	0.03	0.03	—	—

6 试验方法

6.1 警告

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。如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即就医。

6.2 一般规定

本标准所用的试剂和水,在没有注明其它要求时,均指分析纯试剂和蒸馏水或 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。

6.3 外观判别

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。

6.4 钴含量测定

6.4.1 电位滴定法(仲裁法)

6.4.1.1 方法提要

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。



6.4.1.2 试剂

6.4.1.2.1 氯化铵。

6.4.1.2.2 硝酸溶液:1+1。

6.4.1.2.3 盐酸溶液:1+1。

6.4.1.2.4 氨水-柠檬酸铵混合溶液:

称取 50 g 柠檬酸铵于水中,加入 350 mL 氨水,用水稀释至 1 000 mL,混匀。

6.4.1.2.5 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,加少量水覆盖,缓缓加入 30 mL 硝酸溶液,加热至全部溶解,冷却室温后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.4.1.2.6 铁氰化钾标准滴定溶液: $c[\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]]\approx 0.05\text{ mol/L}$;

配制:称取约 17 g 铁氰化钾溶解于水中,干过滤,用水稀释至 1 000 mL,混匀。

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,放一枚塑料封闭的搅拌珠,以下同试样操作,在自动电位滴定仪上用钴标准滴定溶液滴定至突跃终点。

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 ——滴定试验溶液所消耗的钴标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V ——标定所移取铁氰化钾溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

ρ ——钴标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为克每升(g/L);

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

6.4.1.3 仪器、设备

自动电位滴定仪,附磁力搅拌器、213 型铂电极、215 型钨电极。

6.4.1.4 分析步骤

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,加入 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。取下稍冷却后,加水并煮沸溶解,冷却后,移入 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

用移液管移取 20 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 20 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突跃终点。

6.4.1.5 结果计算

钴含量以钴(Co)的质量分数 w_1 计,按公式(2)计算:

$$w_1 = \frac{(V_1 c M - V_2 c_0) \times 10^{-3}}{m \times 20/200} \times 100 \% \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V_1 ——准确加入铁氰化钾标准溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

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的体积的数值,单位为毫升(mL);

c_0 ——钴标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为克每升(g/L);

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 ——试样质量的数值,单位为克(g);

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

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 %。

6.4.2 EDTA 滴定法

6.4.2.1 方法提要

加入过量的乙二胺四乙酸二钠与钴发生络合反应,再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。

6.4.2.2 试剂

6.4.2.2.1 盐酸溶液:1+5。

6.4.2.2.2 乙酸钠溶液:189 g/L。

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

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

6.4.2.2.5 二甲酚橙指示液。

6.4.2.3 分析步骤

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,移入 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 mL 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液,煮沸 1 min。冷却后加入 15 mL 乙酸钠溶液和 2 滴二甲酚橙指示液,用氯化锌标准滴定溶液滴定至紫红色。

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。

6.4.2.4 结果计算

钴含量以钴(Co)的质量分数 w_1 计,按公式(3)计算:

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

式中:

V_1 ——滴定试验溶液所消耗的氯化锌标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白试验溶液所消耗的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 ——试样质量的数值,单位为克(g);

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

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、铬和锂含量测定

6.5.1 方法提要

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

6.5.2.1 硝酸溶液:1+1。

6.5.2.2 钴标准溶液(镍、铁、铜、锰、锌、钙、镁、镉、铝、铬和锂质量分数均不大于 0.000 2 %): $\rho(\text{Co}) = 46 \text{ g/L}$;

称取 46.000 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 150 mL 硝酸溶液,加热至全部溶解,冷却至室温后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.5.2.3 镍标准溶液:1 mL 溶液含镍(Ni)0.01 mg;

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的镍标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.5.2.4 铁标准溶液:1 mL 溶液含铁(Fe)0.01 mg;

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铁标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.5.2.5 铜标准溶液:1 mL 溶液含铜(Cu)0.01 mg;

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铜标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.5.2.6 锰标准溶液:1 mL 溶液含锰(Mn)0.01 mg;

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的锰标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.5.2.7 锌标准溶液:1 mL 溶液含锌(Zn)0.01 mg;

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的锌标准贮备溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.5.2.8 钙标准溶液:1 mL 溶液含钙(Ca)0.01 mg;

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的钙标准贮备溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.5.2.9 镁标准溶液:1 mL 溶液含镁(Mg)0.01 mg;

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的镁标准贮备溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.5.2.10 镉标准溶液:1 mL 溶液含镉(Cd)0.01 mg;

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的镉标准贮备溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.5.2.11 铝标准溶液:1 mL 溶液含铝(Al)0.01 mg;

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铝标准贮备溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.5.2.12 铬标准溶液:1 mL 溶液含铬(Cr)0.01 mg;

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铬标准贮备溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.5.2.13 锂标准溶液:1 mL 溶液含锂(Li)0.01 mg;

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的锂标准贮备溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.5.2.14 二级水:符合 GB/T 6682—2008 的规定。**6.5.3 仪器、设备**

电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

6.5.4 分析步骤**6.5.4.1 标准曲线的绘制**

用移液管分别移取表 2 中规定体积的待测元素标准溶液,置于 4 个 100 mL 容量瓶中,再分别加入 10 mL 钴标准溶液、2 mL 硝酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

表2 待测元素标准溶液移取体积

待测元素标准溶液	移取体积/mL				备 注
	1#	2#	3#	4#	
镍	0.00	1.00	2.00	4.00	I 型、II 型
铁	0.00	1.00	2.00	4.00	
铜	0.00	1.00	2.00	4.00	
锰	0.00	2.00	4.00	8.00	
锌	0.00	1.00	2.00	4.00	
钙	0.00	2.00	4.00	8.00	
镁	0.00	2.00	4.00	8.00	
镉	0.00	1.00	2.00	4.00	II 型
铝	0.00	1.00	2.00	4.00	
铬	0.00	1.00	2.00	4.00	
锂	0.00	1.00	2.00	4.00	

将电感耦合等离子体原子发射光谱仪调至最佳工作条件,以水调零,于表3中给出的各待测元素测定波长处,测定其标准溶液的光谱强度。

表3 待测元素测定波长

杂质元素	镍	铁	铜	锰	锌	钙	镁	镉	铝	铬	锂
测定波长/nm	216.5	259.9	324.7	257.6	213.8	393.3	279.5	206.1	394.4	214.4	670.8

从待测元素每个标准溶液的光谱强度中减去标准空白溶液的光谱强度,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。

6.5.4.2 测定

称取约1g试样,精确至0.0002g,置于100mL烧杯中,加适量水润湿,加2mL硝酸溶液,搅拌使其全部溶解,转移至100mL容量瓶中,加水至刻度,摇匀。

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。

然后测定试验溶液和空白试验溶液中各待测元素的光谱强度。再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。

6.5.5 结果计算

待测元素含量以待测元素的质量分数 w_2 计,按公式(4)计算:

$$w_2 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \quad (4)$$

式中:

m_1 ——从标准曲线上查出的试验溶液中待测元素的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——从标准曲线上查出的空白试验溶液中待测元素的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试样质量的数值,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:镍、铁、铜、锰、锌、钙、镁、铝、铬及锂不应大于0.0003%,镉不应大于0.0002%。

6.6 钠含量测定

6.6.1 方法提要

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589.0nm波长处,测定

钠含量。

6.6.2 试剂

6.6.2.1 盐酸溶液:1+1。

6.6.2.2 硝酸溶液:1+1。

6.6.2.3 钴标准溶液(钠质量分数不大于0.0002%); $\rho(\text{Co})=46\text{ g/L}$;

称取46.000 g金属钴(钴质量分数不小于99.98%),精确至0.0002 g,置于400 mL烧杯中,加少量水覆盖,缓缓加入150 mL硝酸溶液,加热至全部溶解,冷却室温后,移入1000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.6.2.4 钠标准溶液:1 mL溶液含钠(Na)0.01 mg;

用移液管移取1 mL按HG/T 3696.2要求配制的钠标准溶液,置于100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液使用前制备。该溶液应贮存在聚乙烯塑料瓶中。

6.6.2.5 二级水:符合GB/T 6682—2008规定。

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 分析步骤

6.6.4.1 试验溶液A的制备

称取约10 g试样,精确至0.01 g,置于200 mL烧杯中,加适量水润湿,加50 mL盐酸溶液,搅拌使其全部溶解。转移至100 mL容量瓶中,加入10 mL硝酸溶液,加水至刻度,摇匀。此溶液为试验溶液A,用于钠含量、铅含量的测定。

6.6.4.2 标准曲线的绘制

用移液管分别移取0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL钠标准溶液,置于4个100 mL容量瓶中,加入5 mL钴标准溶液,2.5 mL盐酸溶液,0.5 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,以水调零,于波长589.0 nm处,测定标准溶液的吸光度。

从每个标准溶液的吸光度中减去标准空白溶液的吸光度,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。

6.6.4.3 测定

用移液管移取5 mL试验溶液A,置于100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

同时做空白试验,空白试验溶液即在100 mL容量瓶中,加入2.5 mL盐酸溶液,0.5 mL硝酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

然后测定试验溶液和空白试验溶液的吸光度。再根据测得的吸光度,从标准曲线上查出相应的钠的质量。

6.6.5 结果计算

钠含量以钠(Na)的质量分数 w_3 计,按公式(5)计算:

$$w_3 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times 5/100} \times 100\% \quad (5)$$

式中:

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

m_0 ——从标准曲线上查出的空白试验溶液中钠的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试样质量的数值,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0.0002%。

6.7 铅含量测定

6.7.1 方法提要

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

6.7.2.1 钴标准溶液(铅质量分数不大于 0.000 2 %): $\rho(\text{Co})=46 \text{ g/L}$;

称取 46.000 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,加少量水覆盖,缓缓加入 150 mL 硝酸溶液,加热至全部溶解,冷却室温后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.7.2.2 铅标准溶液:1 mL 溶液含铅(Pb)0.1 mg;

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的铅标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.7.2.3 二级水:符合 GB/T 6682—2008 规定。

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 分析步骤

6.7.4.1 标准曲线的绘制

用移液管分别移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL 铅标准溶液,置于 4 个 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 钴标准溶液,5 mL 盐酸溶液,1 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,以水调零,于波长 283.3 nm 处,测定标准溶液的吸光度。

从每个标准溶液的吸光度中减去标准空白溶液的吸光度,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 测定

用移液管移取 10 mL 试验溶液 A(6.6.4.1),置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

同时做空白试验,空白试验溶液即在 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸溶液,1 mL 硝酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

然后测定试验溶液和空白试验溶液的吸光度,再根据测得的吸光度,从标准曲线上查出相应的铅的质量。

6.7.5 结果计算

铅含量以铅(Pb)质量分数 w_1 计,按公式(6)计算:

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times 10/100} \times 100 \% \quad (6)$$

式中:

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

m_0 ——从标准曲线上查出的空白试验溶液中铅的质量的数值,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 0.000 2 %。

6.8 硅含量测定

6.8.1 方法提要

用盐酸溶解试样,在 pH 1.0~1.5 时,硅与钼酸铵形成硅钼黄杂多酸。在草酸存在下,加入氯化亚锡溶液,将硅钼黄还原成硅钼蓝,于最大吸收波长(820 nm)处,用分光光度计测定其吸光度。

6.8.2 试剂

6.8.2.1 盐酸溶液:1+1。

6.8.2.2 氨水溶液:1+4。

6.8.2.3 硫酸溶液:1+19。

6.8.2.4 钼酸铵溶液:100 g/L。

6.8.2.5 草酸溶液:50 g/L。

6.8.2.6 氯化亚锡溶液:20 g/L。

6.8.2.7 硅标准溶液:1 mL 溶液含硅(Si)0.01 mg;

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的硅标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。

6.8.3 仪器、设备

分光光度计:配有光程为 2 cm 的比色皿。

6.8.4 分析步骤

6.8.4.1 标准曲线的绘制

用移液管分别移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL 硅标准溶液,置于 4 个 100 mL 聚四氟乙烯容量瓶中,加 10 mL 水,用氨水溶液或硫酸溶液调节至 pH 1.0~1.5,加 5 mL 钼酸铵溶液,摇匀,放置 20 min。加 5 mL 草酸溶液,放置 5 min。加 0.5 mL 氯化亚锡溶液,用水稀释至刻度,摇匀。将分光光度计调至最佳工作条件,以水调零,于最大吸收波长(820 nm)处,测定标准溶液的吸光度。

从每个标准溶液的吸光度中减去标准空白溶液的吸光度,以硅质量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

6.8.4.2 测定

称取约 10 g 试样,精确至 0.01 g,置于 200 mL 烧杯中,加适量水润湿,加 50 mL 盐酸溶液,搅拌使其全部溶解,转移至 100 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。用移液管移取 10 mL 试验溶液,置于 100 mL 聚四氟乙烯容量瓶中,以下按“6.8.4.1”中“用氨水溶液或硫酸溶液调节至 pH 1.0~1.5……摇匀。”进行操作。

同时做空白试验,空白试验溶液即在 100 mL 聚四氟乙烯容量瓶中,加入 5 mL 盐酸溶液,其他除不加试样和硅标准溶液外,加入试剂的种类和量与试验溶液相同。

然后测定试验溶液和空白试验溶液的吸光度,再根据测得的吸光度,从标准曲线上查出相应的硅的质量。

6.8.5 结果计算

硅含量以硅(Si)质量分数 w_5 计,按公式(7)计算:

$$w_5 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times 10/100} \times 100 \% \quad (7)$$

式中:

m_1 ——从标准曲线上查出的试验溶液中硅的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——从标准曲线上查出的空白试验溶液中硅的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试样质量的数值,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 0.000 2 %。

6.9 氯化物含量测定

6.9.1 方法提要

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

6.9.2 试剂

6.9.2.1 硝酸溶液:1+4。

6.9.2.2 硝酸银溶液:17 g/L。

6.9.2.3 氯标准溶液:1 mL 溶液含有 0.01 mg Cl₂。

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。

6.9.3 分析步骤

6.9.3.1 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 5 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。

6.9.3.2 测定

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,搅拌使其全部溶解,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 硝酸银溶液,用水稀释至刻度,摇匀。放置 10 min,所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

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 3.00 mL 氯标准溶液,置于 25 mL 比色管中,加 3 mL 硝酸银溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

7 检验规则

7.1 本标准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级别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、型号、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 生产厂应保证每批出厂的工业碳酸钴产品都符合本标准的要求。

7.5 检验结果如有指标不符合本标准要求,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标准的要求时,则整批产品为不合格。

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

8 标志、标签

8.1 工业碳酸钴包装袋上应有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、型号、等级、净含量、批号或生产日期、保质期、本标准编号及 GB/T 191—2008 中规定的“怕雨”、“怕晒”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、型号、等级、净含量、批号或生产日期、保质期及本标准编号。

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,防止雨淋、受热、受潮。严禁与酸类物品混运。

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。严禁与酸类物品混贮。

9.4 工业碳酸钴在符合本标准规定的包装、运输和贮存的条件下,自生产之日起保质期不少于 12 个月。