

ICS 71.060.50  
G 12  
备案号:41837—2013

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4519—2013

---

### 碱式碳酸钴

Basic cobaltous carbonate

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：江西核工业兴中科技有限公司、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、精细化学品集团有限公司。

本标准主要起草人：刘元生、弓创周、张翔、汤森进、方艳、曾昭昆。

# 碱式碳酸钴

## 1 范围

本标准规定了碱式碳酸钴的要求,试验方法,检验规则,标志,标签,包装、运输、贮存。

本标准适用于碱式碳酸钴,主要用于石化行业的催化剂、电镀及其他工业的原料,也用作瓷器色料、电子材料、磁性材料的添加剂以及制备钴系催化剂时的 pH 调节剂。

## 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

GB/T 23768 2009 无机化工产品 火焰原子吸收光谱法通则

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 分子式和相对分子质量

分子式: $2\text{CoCO}_3 \cdot 3\text{Co}(\text{OH})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$

相对分子质量:534.73(按 2011 年国际相对原子质量)

## 4 要求

4.1 外观:紫红色结晶粉末。

4.2 碱式碳酸钴按本标准的试验方法检测应符合表 1 的技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标
钴(Co) $w/\%$	$\geq 45.0$
镍(Ni) $w/\%$	$\leq 0.02$
铜(Cu) $w/\%$	$\leq 0.001$
铁(Fe) $w/\%$	$\leq 0.005$
钠(Na) $w/\%$	$\leq 0.02$
铅(Pb) $w/\%$	$\leq 0.005$
锌(Zn) $w/\%$	$\leq 0.001$
钙(Ca) $w/\%$	$\leq 0.01$
硫酸盐(以 $\text{SO}_4^{2-}$ 计) $w/\%$	$\leq 0.05$
氯化物(以 Cl 计) $w/\%$	$\leq 0.05$
盐酸不溶物 $w/\%$	$\leq 0.02$

5 试验方法

5.1 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。

5.2 一般规定

本标准所用的试剂和水,在没有注明其他要求时,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,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2 和 HG/T 3696.3 的规定制备。

5.3 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。

5.4 钴含量测定

5.4.1 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。

5.4.2 试剂

5.4.2.1 盐酸溶液:1+5。

5.4.2.2 乙酸钠溶液:189 g/L。

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

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

5.4.2.5 二甲酚橙指示液。

5.4.3 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,混匀。

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。

#### 5.4.4 结果计算

钴含量以钴(Co)的质量分数  $w_1$  计,按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V_0 - V_1)cM \times 10^{-3}}{m \times 25/250} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

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);

$m$  试料质量的数值,单位为克(g);

$M$  钴(Co)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 %。

### 5.5 镍、铜、铁、铅和锌含量测定

#### 5.5.1 方法提要

在硝酸介质中,采用标准加入法,用空气-乙炔火焰于原子吸收分光光度计相应波长处,测定待测元素的含量。

#### 5.5.2 试剂

5.5.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.5.2.2 硝酸溶液:1+1。

5.5.2.3 镍标准溶液:1 mL 溶液含镍(Ni)0.1 mg。

用移液管移取 10 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。

5.5.2.4 铜标准溶液:1 mL 溶液含铜(Cu)0.1 mg。

用移液管移取 10 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。

5.5.2.5 铁标准溶液:1 mL 溶液含铁(Fe)0.1 mg。

用移液管移取 10 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。

5.5.2.6 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 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。

5.5.2.7 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 配制的锌标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.5.2.8 其余同 GB/T 23768 2009 第 5 章。

#### 5.5.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计:配有镍空心阴极灯、铜空心阴极灯、铁空心阴极灯、铅空心阴极灯、锌空心阴极灯。

#### 5.5.4 分析步骤

##### 5.5.4.1 试验溶液 A 的制备

称取约 10 g 试样,精确至 0.01 g,置于 400 mL 烧杯中,加适量水润湿,加 50 mL 盐酸溶液,加热使其全部溶解。转移至 250 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,用于镍含量、铜含量、铁含量、铅含量和锌含量的测定,也用于钠含量和钙含量的测定。

5.5.4.2 空白试验溶液的制备

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。

5.5.4.3 测定

用移液管分别移取 25 mL 试验溶液 A,分别置于 4 个 100 mL 容量瓶中,按表 2 的规定再分别加入待测元素标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

表 2 待测元素标准溶液移取的量

待测元素标准溶液	移取体积/mL			
	1#	2#	3#	4#
镍	0.00	1.00	2.00	4.00
铜	0.00	1.00	2.00	4.00
铁	0.00	1.00	2.00	4.00
铅	0.00	1.00	2.00	4.00
锌	0.00	2.00	4.00	6.00

将原子吸收分光光度计调至最佳工作条件,于表 3 中给出的待测元素测定波长处,用空白试验溶液调零,测量上述溶液的吸光度。

表 3 待测元素测定波长

杂质元素	镍	铜	铁	铅	锌
测定波长/nm	341.5	327.4	372.0	283.3	213.9

以加入标准溶液中待测元素的质量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线,将曲线反向延长与横坐标相交,相交处即为所测试验溶液中待测元素的质量。

5.5.5 结果计算

待测元素含量以待测单质的质量分数  $w_2$  计,按公式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times 25/250} \times 100\% \dots\dots (2)$$

式中:

- $m_1$  从工作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);
- $m$  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:镍含量不应大于 0.002 %,铁含量、铅含量不应大于 0.001 %,铜含量、锌含量不应大于 0.000 2 %。

5.6 钠含量测定

5.6.1 方法提要

在硝酸介质中,采用标准加入法,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。

5.6.2 试剂

5.6.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.6.2.2 硝酸溶液:1+1。

5.6.2.3 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。

5.6.2.4 二级水:符合 GB/T 6682 2008 规定。

### 5.6.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计:配有钠空心阴极灯。

### 5.6.4 分析步骤

#### 5.6.4.1 空白试验溶液的制备

在 100 mL 容量瓶中,加入 0.5 mL 盐酸溶液、0.1 mL 硝酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

#### 5.6.4.2 测定

用移液管分别移取 2.5 mL 试验溶液 A(5.5.4.1),置于 4 个 100 mL 容量瓶中,再分别加入 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL 钠标准溶液,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,于波长 589.0 nm 处,用空白试验溶液调零,测量吸光度。以钠质量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线,将曲线反向延长与横坐标相交,相交处即为所测试验溶液中钠的质量。

### 5.6.5 结果计算

钠含量以钠(Na)的质量分数  $w_3$  计,按公式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times 2.5/250} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$m_1$  从工作曲线上查出的试验溶液中钠的质量的数值,单位为毫克(mg);

$m$  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 0.002 %。

## 5.7 钙含量测定

### 5.7.1 方法提要

以硝酸镧为释放剂,在硝酸介质中,采用标准加入法,用空气-乙炔火焰于原子吸收分光光度计 422.7 nm 波长处,测定钙含量。

### 5.7.2 试剂

#### 5.7.2.1 硝酸镧溶液:10 g/L。

称取 10.0 g 硝酸镧,溶于水,稀释至 1 000 mL。

#### 5.7.2.2 钙标准溶液:1 mL 溶液含钙(Ca)0.1 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的钙标准溶液,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。

#### 5.7.2.3 二级水:符合 GB/T 6682 2008 规定。

### 5.7.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计:配有钙空心阴极灯。

### 5.7.4 分析步骤

#### 5.7.4.1 空白试验溶液的制备

在 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸溶液、1 mL 硝酸溶液,加 2 mL 硝酸镧溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

#### 5.7.4.2 测定

用移液管分别移取 25 mL 试验溶液 A(5.5.4.1),置于 4 个 100 mL 容量瓶中,再分别加入 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL 钙标准溶液,再加 2 mL 硝酸镧溶液,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,于 422.7 nm 波长处,用空白试验溶液调零,测量吸光度。以钙质量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线,将曲线反向延长与横坐标相交,相交处即为试验溶液中钙的质量。

### 5.7.5 结果计算

钙含量以钙(Ca)质量分数  $w_1$  计,按公式(4)计算:

$$w_1 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times 25/250} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

$m_1$  从工作曲线上查出的试验溶液中钙的质量的数值,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 0.001 %。

## 5.8 硫酸盐含量测定

### 5.8.1 方法提要

在盐酸介质中,加入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比较。

### 5.8.2 试剂

5.8.2.1 95%乙醇。

5.8.2.2 盐酸溶液:1+1。

5.8.2.3 氯化钡溶液:250 g/L。

5.8.2.4 硫酸盐标准溶液:1 mL 溶液含有 0.01 mg  $\text{SO}_4^{2-}$ 。

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。

### 5.8.3 分析步骤

#### 5.8.3.1 无硫酸盐的碱式碳酸钴溶液的制备

称取 1.00 g±0.01 g 试样,置于 50 mL 烧杯中,加少量水润湿,加入 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。

#### 5.8.3.2 测定

称取 1.00 g±0.01 g 试样,置于 50 mL 烧杯中,加少量水润湿,加入 5 mL 盐酸溶液,搅拌使其全部溶解,然后转移至 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 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 无硫酸盐的碱式碳酸钴溶液和 5.00 mL 硫酸盐标准溶液,置于 25 mL 比色管中,加 4 mL 乙醇,在不断振摇下,滴加 2 mL 氯化钡溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

## 5.9 氯化物含量测定

### 5.9.1 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生成白色沉淀,与同方法处理的氯标准比浊溶液比较。

### 5.9.2 试剂

5.9.2.1 硝酸溶液:1+4。

5.9.2.2 硝酸银溶液:17 g/L。

5.9.2.3 氯标准溶液:1 mL 溶液含有 0.01 mg  $\text{Cl}$ 。

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

### 5.9.3 分析步骤

#### 5.9.3.1 无氯化物的碱式碳酸钴溶液的制备



称取  $1.00\text{ g}\pm0.01\text{ g}$  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。

5.9.3.2 测定

称取  $1.00\text{ g}\pm0.01\text{ g}$  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 无氯化物的碱式碳酸钴溶液和 5.00 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。

5.10 盐酸不溶物含量测定

5.10.1 方法提要

试样用盐酸溶解后,经过滤、洗涤、干燥后,烘干至质量恒定。根据不溶物的质量,确定盐酸不溶物的含量。

5.10.2 试剂

5.10.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.10.2.2 硝酸银溶液:17 g/L。

5.10.3 仪器、设备

5.10.3.1 玻璃砂坩埚:滤板孔径  $5\text{ }\mu\text{m}\sim15\text{ }\mu\text{m}$ 。

5.10.3.2 电热恒温干燥箱:控制温度  $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.10.4 分析步骤

称取约 10 g 试样,精确至 0.01 g,置于 400 mL 烧杯中。用少量水润湿,加 50 mL 盐酸溶液,加热使试样全部溶解,冷却至室温后,用预先在  $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm2\text{ }^{\circ}\text{C}$  下质量恒定的玻璃砂坩埚抽滤,用水洗涤不溶物至无氯离子(用硝酸银溶液检验)。将玻璃砂坩埚置于  $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm2\text{ }^{\circ}\text{C}$  电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

5.10.5 结果计算

盐酸不溶物含量以质量分数  $w_5$  计,按公式(5)计算:

$$w_5 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (5)$$

式中:

$m_1$  干燥后盐酸不溶物及玻璃砂坩埚质量的数值,单位为克(g);

$m_0$  玻璃砂坩埚质量的数值,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 0.005 %。

6 检验规则

6.1 本标准规定的所有指标项目为出厂检验项目,应逐批检验。

6.2 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碱式碳酸钴为一批。每批产品不超过 5 t。

6.3 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、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。

6.4 生产厂应保证每批出厂的碱式碳酸钴产品都符合本标准的要求。

6.5 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。

6.6 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。

## 7 标志、标签

7.1 碱式碳酸钴包装袋上应有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址及产品名称、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。

7.2 每批出厂的碱式碳酸钴产品都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、厂址及产品名称、净含量、批号或生产日期、保质期及本标准编号。

## 8 包装、运输、贮存

8.1 碱式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。

8.2 碱式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。

8.3 碱式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。

8.4 碱式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。

中华人民共和国

化工行业标准

碱式碳酸铝

HG/T 4510—2013

出版发行：化学工业出版社

（北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011）

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张 字数18千字

2014年2月北京第1版第1次印刷

书号：155025·1107

---

购书咨询：010-6418888

售后服务：010-6418899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

---

定价：12.00元

版权所有 违者必究

# www.bzxz.net

免费标准下载网