



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 26525—XXXX

代替 GB/T 26525—2011

## 精制氯化钴

Refined cobaltous chloride

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。

（征求意见稿）

2021-02-10

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

国家市场监督管理总局  
国家标准化管理委员会

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 GB/T 26525—2011《精制氯化钴》，与 GB/T 26525—2011 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 更改了优等品的钴含量指标和一等品金属杂质含量指标（见5.2）；
- 增加了铝、硅、磷、硫、锂、钠和磁性异物含量的指标及试验方法（见5.2；6.4）；
- 更改了杂质金属离子的试验方法为电感耦合等离子体发射光谱法（见6.4，2011版的5.5、5.6、5.7、5.9）。

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： 。

本文件于2011年首次发布，本次为第一次修订。

# 精制氯化钴

## 1 范围

本文件规定了精制氯化钴的要求、试验方法、检验规则及标志、标签、包装、运输、贮存。

本文件适用于精制氯化钴。

注：该产品主要用于电镀和干电池、催化剂、制药原料等行业。

## 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： $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量：237.92（按2018年国际相对原子质量）

## 5 要求

5.1 外观：红色或紫红色结晶。

5.2 精制氯化钴按本文件规定的试验方法检测应符合表 1 的规定。

表 1

项 目	指 标	
	优等品	一等品
钴（Co）w/ % $\geq$	24.2	24.0
镍（Ni）w/ % $\leq$	0.0010	0.0100
锌（Zn）w/ % $\leq$	0.0010	0.0020
铁（Fe）w/ % $\leq$	0.0010	0.0020
铜（Cu）w/ % $\leq$	0.0010	0.0020
锰（Mn）w/ % $\leq$	0.0010	0.0100
铬（Cr）w/ % $\leq$	0.0010	0.0020
镉（Cd）w/ % $\leq$	0.0010	0.0020
镁（Mg）w/ % $\leq$	0.0020	0.0050
钙（Ca）w/ % $\leq$	0.0020	0.0050
铝（Al）w/ % $\leq$	0.0010	0.0100
硅（Si）w/ % $\leq$	0.0010	—
磷（P）w/ % $\leq$	0.0050	—
硫（S）w/ % $\leq$	0.0015	0.0030
锂（Li）w/ % $\leq$	0.0010	—
钠（Na）w/ % $\leq$	0.0010	—
铅（Pb）w/ % $\leq$	0.0010	0.0020
汞（Hg）w/ % $\leq$	0.0005	0.0010
水不溶物 w/ % $\leq$	0.0100	0.0200
油分 w/ % $\leq$	0.0010	0.0020
磁性异物（ $\mu\text{g/kg}$ ） $\leq$	50	—

## 6 试验方法

警告：本试验方法中使用的部分试剂具有毒害性和腐蚀性，操作者须小心谨慎！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。

## 6.1 一般规定

本文件所用试剂和水在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和GB/T 6682—2008中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、试剂及制品，在没有注明其他要求时，均按HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3之规定制备。

## 6.2 外观检验

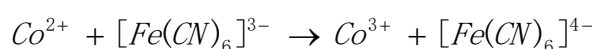
在自然光下，于白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法判定样品外观。

## 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，六氰合铁（III）酸钾将  $\text{Co}^{2+}$  氧化为  $\text{Co}^{3+}$ ，用钴标准滴定溶液滴定过量的六氰合铁（III）酸钾。反应方程式如下：



#### 6.3.1.2 试剂或材料

##### 6.3.1.2.1 氯化铵。

6.3.1.2.2 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。

6.3.1.2.3 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。

6.3.1.2.4 六氰合铁（III）酸钾标准滴定溶液： $c(\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]) \approx 0.05 \text{ mol/L}$ ，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 六氰合铁（III）酸钾溶解于水中，过滤，用水稀释至 1000 mL，摇匀；
- b) 标定：用移液管移取 20 mL 六氰合铁（III）酸钾溶液，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：六氰合铁（III）酸钾滴定溶液浓度以  $c$  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钴标准滴定溶液的体积的数值,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);

$V$ ——移取六氰合铁(III)酸钾标准滴定溶液的体积的数值,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得大于0.2%,两人测定平均值之差与两人平均结果之比不得大于0.2%。结果取平均值,浓度值取四位有效数字。

### 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2.0g试样,精确至0.0002g,置于150mL烧杯中,加少量水,固体样煮沸使之溶解,冷却后,全部转移至250mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

用移液管移取25mL六氰合铁(III)酸钾标准滴定溶液于250mL烧杯中,加5g氯化铵,80mL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25mL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。

### 6.3.1.5 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:

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

式中:

$V_1$ ——准确加入六氰合铁(III)酸钾标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

$c$ ——六氰合铁(III)酸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)( $M=58.93$ );

$V_2$ ——滴定过量六氰合铁(III)酸钾标准滴定溶液所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0.1%。

## 6.3.2 络合滴定法

### 6.3.2.1 原理

在丙酮介质中加入盐酸羟胺掩蔽铜和铁以消除干扰，钴与硫氰酸盐生成蓝色络合物，用 EDTA 标准溶液滴定至蓝色消失为终点来测定钴量。

### 6.3.2.2 试剂或材料

6.3.2.2.1 盐酸羟胺。

6.3.2.2.2 硫氰酸铵。

6.3.2.2.3 丙酮。

6.3.2.2.4 乙酸铵饱和溶液。

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

### 6.3.2.3 试验步骤

称取约 0.35g~0.40g 试样，精确至 0.0002g，置于 250mL 锥形瓶中，加入 50mL 水，0.25g 盐酸羟胺，加 10g 硫氰酸铵，加 4mL 乙酸铵饱和溶液，摇匀，再加 50mL 丙酮，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至蓝色全部消失即为终点。

### 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：

$$w_1 = \frac{cVM \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$c$ ——乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升 (mol/L)；

$V$ ——滴定试验溶液所消耗乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 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) ( $M=58.93$ )；

$m$ ——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 0.1 %。

## 6.4 镍、锌、铁、铜、锰、铬、镉、镁、钙、铝、硅、磷、硫、锂和钠含量的测定

### 6.4.1 原理

样品溶解后，使用电感耦合等离子体发射光谱仪，采用内标法测定样品中的镍、锌、铁、铜、锰、铬、镉、镁、钙、铝、硅、磷、硫、锂和钠含量。

### 6.4.2 试剂或材料

6.4.2.1 硝酸溶液：1+99，使用优级纯硝酸配制。

6.4.2.2 镍、锌、铁、铜、锰、铬、镉、镁、钙、铝、硅、磷、硫、锂、钠标准贮备溶液：1 mL 溶液含镍 (Ni)、锌 (Zn)、铁 (Fe)、铜 (Cu)、锰 (Mn)、铬 (Cr)、镉 (Cd)、镁 (Mg)、钙 (Ca)、

铝（Al）、硅（Si）、磷（P）、硫（S）、锂（Li）、钠（Na）分别为 1 mg，按 HG/T 3696.2 配制各元素标准贮备溶液，或者采用经国家认证并授予标准物质证书的单元素或多元素标准贮备溶液。

6.4.2.3 混合标准溶液 I：1 mL 溶液含镍（Ni）、铝（Al）、锰（Mn）、锂（Li）、钠（Na）分别为 0.01 mg，含铁（Fe）为 5 μg。分别用移液管移取 1 mL 镍、铝、锰、锂、钠标准贮备溶液及 0.50 mL 铁标准贮备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用硝酸溶液稀释至刻度，摇匀。

6.4.2.4 混合标准溶液 II：1 mL 溶液含锌（Zn）、铜（Cu）、镉（Cd）分别为 0.01 mg，含镁（Mg）、钙（Ca）分别为 0.02 mg。分别用移液管移取 1 mL 锌、铜、镉标准贮备溶液，2 mL 镁、钙标准贮备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用硝酸溶液稀释至刻度，摇匀。

6.4.2.5 混合标准溶液 III：1 mL 溶液含铬（Cr）、硅（Si）、硫（S）分别为 0.01 mg，含磷（P）为 0.05 mg。分别用移液管移取 1 mL 铬、硅、硫标准贮备溶液，5 mL 磷标准贮备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用硝酸溶液稀释至刻度，摇匀。

6.4.2.6 水：符合 GB/T 6682—2008 规定的二级水。

6.4.3 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪（以下简称 ICP-OES）。

6.4.4 试验步骤

6.4.4.1 工作曲线的绘制

在 6 个 100 mL 容量瓶中分别移入表 2 中对应体积的混合标准溶液 I、混合标准溶液 II 和混合标准溶液 III，用硝酸溶液稀释至刻度，摇匀。

表 2

混合标准溶液	容量瓶编号					
	1	2	3	4	5	6
移取混合标准溶液 I 的体积（mL）	0	0.5	1	5	10	15
移取混合标准溶液 II 的体积（mL）	0	0.5	1	1.5	2	4
移取混合标准溶液 III 的体积（mL）	0	0.2	0.5	1	2	3

在仪器最佳的测定条件下，推荐的分析谱线见表 3，按浓度由低至高的顺序对工作曲线系列溶液进行测定，仪器根据各待测元素质量浓度（mg/L）和谱线强度绘制工作曲线。



表 3

元素	分析谱线波长/nm	元素	分析谱线波长/nm	元素	分析谱线波长/nm
镍	231.604	锌	206.200	铁	239.563
铜	324.754	锰	259.372	铬	205.552
镉	214.441	镁	285.213	钙	315.887
铝	396.152	硅	251.611	磷	178.284
硫	185.005	锂	610.365	钠	589.592

注：测定谱线选择的原则为避开谱线干扰，在保证足够灵敏度的前提下根据方法选择最佳谱线。

6.4.4.2 试验

称取约1 g试样，精确至0.001 g，置于50 mL的烧杯中，加硝酸溶液溶解，转移至100 mL容量瓶中，用硝酸溶液稀释至刻度，摇匀。在仪器最佳的测定条件下对试验溶液进行测定。仪器自动计算出试验溶液中各待测元素的质量浓度（mg/L）。

6.4.5 试验数据处理

待测元素含量以质量分数  $w_x$  计，按公式（4）计算：

$$w_x = \frac{\rho_x \times 0.1 \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中：

$\rho_x$ ——试验溶液中待测元素质量浓度的数值，单位为毫克每升（mg/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相对偏差不大于20 %。

6.5 铅含量的测定

6.5.1 原理

用水溶解试样，在原子吸收分光光度计上，以空气-乙炔火焰，采用标准加入法测定。

6.5.2 试剂或材料

6.5.2.1 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 配制的铅标准贮备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.5.2.2 水：符合 GB/T 6682—2008 规定的二级水。

6.5.3 仪器设备

原子吸收分光光度计：配有铅空心阴极灯。

#### 6.5.4 试验步骤

##### 6.5.4.1 试验溶液的制备

称取约 20 g 试样，精确至 0.01 g，置于烧杯中，加水溶解，转移至 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

##### 6.5.4.2 试验

用移液管移取 4 份 25 mL 试验溶液，分别置于 4 个 100 mL 容量瓶中，再分别移取铅标准溶液 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL，用水稀释至刻度，摇匀。

在原子吸收分光光度计上，使用空气-乙炔火焰，选择最佳仪器工作条件，在 283.3 nm 测定波长下，用水调零，测量上述溶液的吸光度。

以铅的质量浓度 (mg/L) 为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制标准曲线，将曲线反向延长与横坐标相交，交点即为待测元素的质量浓度 (mg/L)。

##### 6.5.4.3 试验数据处理

铅含量以铅 (Pb) 的质量分数  $w_2$  计，按公式 (5) 计算：

$$w_2 = \frac{\rho \times 0.1 \times 10^{-3}}{m \times (25/250)} \times 100\% \dots\dots\dots (5)$$

式中：

$\rho$ ——由标准曲线查出的被测溶液中铅的质量浓度的数值，单位为毫克每升 (mg/L)；

$m$ ——试料的质量的数值，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相对偏差不大于 20 %。

#### 6.6 汞含量的测定

##### 6.6.1 冷原子吸收光谱法 (仲裁法)

###### 6.6.1.1 原理

样品溶解在酸性溶液中所含的汞化合物成离子状态存在，加入还原剂还原成原子态 (元素汞蒸汽)。通过气流带出汞，进入石英管内在波长为 253.7nm 处测定汞，在一定浓度范围其吸收值与汞质量成正比，在工作曲线上查得汞质量。

###### 6.6.1.2 试剂或材料

6.6.1.2.1 氯化亚锡盐酸溶液：称取 25 g 氯化亚锡溶于 50 mL 热的盐酸中，冷却后移至 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.6.1.2.2 硝酸-重铬酸钾溶液：称取 5.0 g 重铬酸钾 (优级纯) 溶于水中，加入 5 mL 硝酸 (优级纯)，用水稀释至 100 mL。

6.6.1.2.3 汞标准溶液贮备液：1mL 溶液含汞 (Hg) 0.1mg。配制：用移液管移取 10mL 按 HG/T 3696.2 配制的汞标准溶液置于 100 mL 容量瓶中，用硝酸-重铬酸钾溶液稀释至刻度，摇匀。置于冰箱内保存。

6.6.1.2.4 汞标准溶液 1 mL 溶液含汞 (Hg) 0.001 mg。用移液管移取 1 mL 汞标准溶液贮备液置于 100 mL 容量瓶中，用硝酸-重铬酸钾溶液稀释至刻度，摇匀。此溶液使用时现配。

6.6.1.2.5 去离子水。

### 6.6.1.3 仪器设备

测汞仪或原子吸收分光光度计：配有汞空心阴极灯、冷原子蒸气发生装置、消解器。

### 6.6.1.4 试验步骤

#### 6.6.1.4.1 工作曲线的绘制

分别在 6 个 50 mL 容量瓶中按表 4 分别移入汞标准溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

表 4

分液漏斗编号	1 <sup>a</sup>	2	3	4	5	6
汞标准溶液体积 (mL)	0	1.00	2.00	4.00	8.00	12.00
工作曲线溶液汞的质量浓度 (μg/L)	0	20	30	80	160	240
a 试剂空白溶液						

打开仪器，并将仪器性能调至最佳状态，用移液管分别移取系列汞标准工作溶液各 5 mL，置于仪器的汞蒸气发生器的还原瓶中，分别加入 3 mL 氯化亚锡盐酸溶液，并立即盖紧还原瓶，通入载气，从仪器读数显示的最高点测得其吸收值。

从每个汞标准工作溶液的吸收值中减去空白试验溶液的吸收值，以汞质量浓度 (μg/L) 为横坐标，吸收值为纵坐标，绘制工作曲线。

#### 6.6.1.4.2 试验

称取约 1g 试样，精确至 0.01g，置于 100mL 烧杯中，加水溶解，完全转移至 50mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。同时制备空白试验溶液。用移液管分别移取试验溶液和空白试验溶液各 5mL，置于仪器的汞蒸气发生器的还原瓶中，以下按 6.6.1.4.1 中“分别加入 3 mL 氯化亚锡盐酸溶液，……”开始进行操作，测得其吸收值。

注：每次测定以后用水彻底清洗粘在石英管上的氯化亚锡，必要时可用硝酸—重铬酸钾溶液清洗一次石英管，再用水洗净。含汞废液按照附录 A 处理。

### 6.6.1.5 试验数据处理

汞含量以汞 (Hg) 的质量分数  $w_3$  计，按公式 (6) 计算：

$$w_3 = \frac{\rho_1 \times 0.05 \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (6)$$

式中：

$m_1$ ——从工作曲线上查得试验溶液中汞的质量浓度的数值，单位为微克每升 (μg/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 0.0003%。

## 6.6.2 原子荧光法

### 6.6.2.1 原理

硝酸溶解试样，在酸性溶液中，以氯化亚锡将二价汞离子还原为汞原子，用高纯氩气导入原子荧光吸收池，原子荧光法测定。

### 6.6.2.2 试剂或材料

盐酸溶液（5+95）和其他试剂同6.6.2.1。

### 6.6.2.3 仪器设备

原子荧光仪：配有高强度汞空心阴极灯、双泵自动进样器。

### 6.6.2.4 试验步骤

#### 6.6.2.4.1 工作曲线的绘制

依次分取汞标准溶液 0.00mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、16.00 mL，分别置于 5 个 50mL 的容量瓶，分别加入 5mL 盐酸溶液（1+1），用水稀释至刻度，摇匀。分别取适量于自动进样台上，将仪器调至最佳工作条件状态，盐酸溶液（5+95）作为载流，硫酸亚锡盐酸溶液作为还原性溶液，测定荧光值。从每个汞标准工作溶液的荧光值中减去空白试验溶液的荧光值，以汞质量为横坐标，荧光值为纵坐标，绘制工作曲线。

#### 6.6.2.4.2 试验

称取约 1g 试样，精确至 0.01g，置于 100mL 烧杯中，加水溶解，完全转移至 50mL 容量瓶中，加入 5mL 盐酸溶液（1+1），用水稀释至刻度，摇匀。同时制备空白试验溶液。以下按 6.6.2.4.1 的进行操作，测得其荧光值。

### 6.6.2.5 试验数据处理

同6.6.1.5。

## 6.7 水不溶物含量的测定

### 6.7.1 原理

称取一定量的试样溶于水，过滤后，残渣在一定温度条件下干燥至质量恒定，称量后，确定水不溶物含量。

## 6.7.2 试剂和材料

硝酸银溶液：20 g/L。

## 6.7.3 仪器设备

6.7.3.1 玻璃砂坩埚：滤板孔径 5 μm~15 μm。

6.7.3.2 电热恒温干燥箱：温度能控制在 105 °C ± 2 °C。

## 6.7.4 试验步骤

称取约 20 g 试样，精确至 0.0002 g，置于 500 mL 烧杯中，加入约 300 mL 水溶解试样。用已于 105 °C ± 2 °C 条件下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚过滤，用水洗涤至滤液不含氯离子（用硝酸银溶液检验），置于电热恒温干燥箱中，在 105 °C ± 2 °C 条件下干燥至质量恒定。

## 6.7.5 试验数据处理

水不溶物含量以质量分数  $w_4$  计，按公式（7）计算：

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

式中：

$m_1$ ——水不溶物质量的数值，单位为克(g)；

$m$ ——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 0.001%。

## 6.8 油分含量的测定

### 6.8.1 试剂或材料

6.8.1.1 四氯乙烯。

6.8.1.2 无水硫酸钠。

### 6.8.2 仪器设备

红外分光测油仪。

### 6.8.3 试验步骤

称取约 10 g 试样，精确至 0.01 g，置于 200 mL 烧杯中，加 20 mL 水，固体样煮沸使之溶解，冷却后全部移入分液漏斗中，用移液管移取 20 mL 四氯乙烯，萃取 1 min，静置分层后，全部倒入已加入 1 cm~2 cm

厚无水硫酸钠的脱水柱中，脱水至25 mL的比色管中，盖上盖子备用。将红外分光测油仪调至最佳工作条件，按照仪器操作流程测定，输入试样质量、四氯乙烯准确体积，从仪器上直接读出试样中油分含量。

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 %。

## 6.9 磁性异物含量的测定

### 6.9.1 原理

试样中的磁性物质以磁棒吸附后用王水溶解，采用电感耦合等离子体发射光谱仪测定磁性物质元素（镍、铁、锌、铬）特征谱线的强度，以工作曲线法定量，通过计算得到磁性异物的含量。

### 6.9.2 试剂或材料

6.9.2.1 王水：用优级纯盐酸和优级纯硝酸配制。

6.9.2.2 无水乙醇。

6.9.2.3 镍、铁、锌、铬标准贮备溶液：1 mL 溶液含镍（Ni）、锌（Zn）、铁（Fe）、铬（Cr）分别为1 mg，按 HG/T 3696.2 配制各元素标准贮备溶液，或者采用经国家认证并授予标准物质证书的单元素或多元素标准贮备溶液。

6.9.2.4 磁性异物混合标准溶液：1 mL 溶液含（Ni、Zn、Fe、Cr）10 μg。分别用移液管移取1 mL 镍、锌、铁、铬标准贮备溶液，置于100 mL 容量瓶中，用硝酸溶液稀释至刻度，摇匀。此溶液现用现配。

6.9.2.5 水：按GB/T 6682—2008表1中规定的一级水。

### 6.9.3 仪器设备

6.9.3.1 电感耦合等离子体发射光谱仪。

6.9.3.2 混样器，如图1所示。

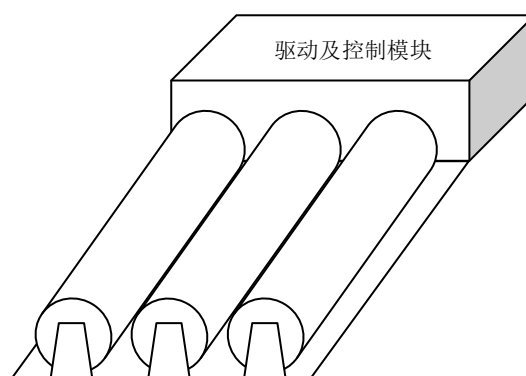


图1 混样器

6.9.3.3 磁棒：圆柱形，Φ17 mm×L55 mm，聚四氟乙烯涂层密封，磁场强度为不小于5000 Gs。

## 6.9.4 试验步骤

### 6.9.4.1 工作曲线的绘制

在6个100 mL容量瓶中分别移取0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、3.00 mL磁性异物混合标准溶液，再分别加入2 mL盐酸，用水稀释至刻度，摇匀。导入电感耦合等离子体发射光谱仪进行测定，分析谱线波长见表3。以标准溶液的质量浓度（mg/L）为横坐标，对应的发射强度值为纵坐标，绘制工作曲线。

### 6.9.4.2 试验

称取200 g试样，精确至0.01g，置于可密封的500 mL~600 mL塑料瓶中，加入300 mL水，放入干净磁棒，盖上瓶盖拧紧，用混样机（转速110 rpm）滚动30 min。混合吸附结束后，用磁铁在塑料瓶外侧将磁棒吸附住，倒掉溶液，用水冲洗干净磁棒（必要时可超声清洗30 s）。将磁棒移入250 mL烧杯中，加15 mL王水，再加40 mL水，盖上表面皿，在加热板上加热微沸至10 mL~20 mL左右时取下，冷却至室温后，将溶液全部转移至100 mL容量瓶中，用少量水清洗磁棒三次倒入容量瓶中，最后用水稀释至刻度，摇匀。在仪器最佳的测定条件下对试验溶液进行测定。仪器自动计算出试验溶液中各待测元素的质量浓度（mg/L）。

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。

## 6.9.5 试验数据处理

待测元素（镍、铁、锌、铬）的含量以待测元素（Fe、Zn、Ni、Cr）的质量分数 $w_i$ 计，单位为微克每千克（ $\mu\text{g/kg}$ ），按公式（8）计算：

$$w_i = \frac{(\rho_i - \rho_0) \times 100}{m \times 10^{-3}} \dots\dots\dots (8)$$

式中：

$\rho_i$ ——从工作曲线上查出的试验溶液中待测元素的质量浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

$\rho_0$ ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中待测元素的质量浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

$m$ ——试料的质量的数值，单位为克（g）。

磁性异物含量以质量分数 $w_5$ 计，单位为微克每千克（ $\mu\text{g/kg}$ ），按公式（9）计算：

$$w_5 = w_{\text{Ni}} + w_{\text{Zn}} + w_{\text{Zi}} + w_{\text{Cr}} \dots\dots\dots (9)$$

式中：

$w_{\text{Fe}}$ 、 $w_{\text{Zn}}$ 、 $w_{\text{Ni}}$ 、 $w_{\text{Cr}}$ ——铁、锌、镍、铬的含量，按公式（8）计算。

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 本文件要求中规定的全部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精制氯化钴为一批。每批产品不超过 40 t。
- 7.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时将采样器自包装袋的上方垂直插入至料层深度的 3/4 处采样。每袋所取试样不少于 50 g；将所采的样品混匀，用四分法缩分至约 1000 g，分装入两个干燥、清洁的广口瓶或塑料袋中，密封，粘贴标签，注明：生产厂名、产品名称、等级、批号和采样日期、采样者姓名。一瓶（袋）用于检验，另一瓶（袋）保存备查，保存时间由生产厂根据实际情况确定。
- 7.4 检验结果如有指标不符合本文件要求时，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。
- 7.5 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

## 8 标志、标签

- 8.1 精制氯化钴包装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，GB/T 191—2008 第 2 章规定的“怕雨”及“怕晒”标志。
- 8.2 每批出厂的精制氯化钴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）、产品质量符合本文件的证明和本文件编号。

## 9 包装、运输、贮存

- 9.1 精制氯化钴采用双层包装，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 精制氯化钴在运输过程中应有遮盖物，防止日晒、雨淋、受潮。
- 9.3 精制氯化钴应贮存于在通风、阴凉、干燥的库房内，防止日晒、雨淋、受潮。
- 9.4 精制氯化钴在符合本文件包装、运输、贮存条件下，自生产之日起保质期不少于 6 个月。



附 录 A  
(资料性附录)  
处理汞废液的方法

为了防止含汞废液的污染，建议将汞测定后所得的废液进行处理。

A.1 原理

在碱性介质中，用过量的硫化钠沉淀汞，用过氧化氢氧化过量的硫化钠，防止汞以多硫化物的形式溶解。

A.2 试剂或溶液

A.2.1 氢氧化钠溶液：400 g/L；

A.2.2 硫化钠( $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ )；

A.2.3 过氧化氢溶液：30 %。

A.3 处理步骤

将汞废液收集于约 50 L 的容器中，当汞废液达约 40 L 时，依次加入 400 mL 氢氧化钠溶液、100 g 硫化钠，摇匀。10 min 后缓慢加入过氧化氢溶液 400 mL，充分混合，放置 24 h 后将上部清液排入废水中，沉淀物转入另一容器中，由专人进行汞的回收。

注：上述操作中所用试剂均为工业级。

---