



中华人民共和国国家标准

GB/T 26523—XXXX
代替 GB/T 26523—2011

精制硫酸钴

Refined cobaltous sulfates

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

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 26523—2011《精制硫酸钴》，与 GB/T 26523—2011 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 增加了分类（见第4章）；
- 更改了杂质金属离子的指标（见6.2，2011年版的5.4）；
- 增加了电位滴定法测定钴含量（见7.3.1，2011年版的5.4）；
- 更改了镍、锌、铜、镉、锰、钙、镁、铁、铬的测定方法（见7.4，2011年版的5.5、5.6、5.7、5.8）；
- 增加了钠含量的指标（见6.2）；
- 增加了钠含量的测定方法（见7.6）；
- 删除了pH的指标和测定方法（见6.2，2011年版的4.2，5.14）；

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：。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

本文件于2011年首次发布，本次为第一次修订。

精制硫酸钴

1 范围

本文件规定了精制硫酸钴的分类、要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。

本文件适用于精制硫酸钴。

注：该产品主要用于电池、电子工业、化学工业、电镀工业、化学试剂等其他行业。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本文件的引用而成为本文件的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版本均不适用于本文件。然而，鼓励根据本文件达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本文件。

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、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 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 分类

精制硫酸钴按照产品用途分为Ⅰ类和Ⅱ类。

——Ⅰ类：电池、电子工业用；

——Ⅱ类：化学工业、电镀工业、化学试剂等其他行业用。

5 分子式和相对分子质量

分子式：CoSO₄·7H₂O
相对分子质量：281.11（按2018年国际相对原子质量）

6 要求

- 6.1 外观：玫瑰红色结晶粉末。
- 6.2 精制硫酸钴试验方法检测应符合表 1 的规定。

表1

项 目	I类		II类
	优等品	一等品	
钴（Co）w%	≥ 20.5	20.0	20.0
镍（Ni）w%	≤ 0.0020	0.0150	0.02
锌（Zn）w%	≤ 0.0010	0.0020	0.0050
铜（Cu）w%	≤ 0.0010	0.0020	0.0050
镉（Cd）w%	≤ 0.0010	0.0020	0.0050
锰（Mn）w%	≤ 0.0020	0.0050	0.0050
钙（Ca）w%	≤ 0.0020	0.0050	0.0050
镁（Mg）w%	≤ 0.0020	0.0050	0.01
铁（Fe）w%	≤ 0.0010	0.0020	0.005
铬（Cr）w%	≤ 0.0010	0.0020	0.0050
铅（Pb）w%	≤ 0.0010	0.0020	0.0050
钠（Na）w%	≤ 0.0050	0.0100	0.0100
砷（As）w%	≤ 0.0010	0.0050	——
汞（Hg）w%	≤ 0.0010	0.0050	0.0050
水不溶物 w%	≤ 0.0050	0.0100	——
氯化物（Cl ⁻ ）w%	≤ 0.0050	0.0100	——
油份 w%	≤ 0.0010	0.0015	0.0020

7 试验方法

警示——本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，操作者须小心谨慎！如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。使用易燃品时，严禁使用明火加热。

7.1 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。

7.2 外观判别

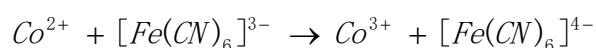
在自然光下，于白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法判定外观。

7.3 钴含量的测定

7.3.1 电位滴定法（仲裁法）

7.3.1.1 原理

在氨性溶液中，用铁氰化钾将 Co^{2+} 氧化为 Co^{3+} ，过量的铁氰化钾用钴标准滴定溶液滴定。反应方程式如下。



7.3.1.2 试剂或材料

7.3.1.2.1 氯化铵。

7.3.1.2.2 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。

7.3.1.2.3 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。

7.3.1.2.4 铁氰化钾标准滴定溶液： $c(\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]) \approx 0.05 \text{ mol/L}$ ，称取约 17g 铁氰化钾溶解于水中，过滤，用水稀释至 1000 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，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。

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钴标准滴定溶液的体积的数值，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）；

V ——移取铁氰化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）（ $M=58.93$ ）。

7.3.1.3 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。

7.3.1.4 试验步骤

称取约 2.6 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于 150 mL 烧杯中，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 试验溶液，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。

7.3.1.5 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：

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

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所消耗钴标准滴定溶液体积的数值，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 ——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 %。

7.3.2 EDTA 滴定法

7.3.2.1 原理

在酸性溶液中，试验溶液中加入盐酸羟胺将铁还原掩蔽，钴和硫氰酸根生成硫氰酸钴 $[\text{Co}(\text{SCN})_4]^{2-}$ 蓝色络合物，在丙酮存在下，用乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液与钴生成络合物，到达终点时，蓝色消失。

7.3.2.2 试剂或材料

7.3.2.2.1 盐酸羟胺。

7.3.2.2.2 硫氰酸铵。

7.3.2.2.3 丙酮。

7.3.2.2.4 乙酸铵饱和溶液。

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

7.3.2.3 试验步骤

称取约 0.35 g~0.40 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于 250 mL 锥形瓶中，加入 50 mL 水，0.25 g 盐酸

羟胺，加 10 g 硫氰酸铵，加 4 mL 乙酸铵饱和溶液，摇匀，再加 50 mL 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。

7.3.2.4 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：

$$w_1 = \frac{c \times V \times 10^{-3} \times M}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中：

c ——乙二胺四乙酸二钠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的乙二胺四乙酸二钠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）（ $M=58.93$ ）。

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 0.1 %。

7.4 镍、锌、铜、镉、锰、钙、镁、铁、铬含量的测定

7.4.1 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

7.4.2 试剂或材料

7.4.2.1 硝酸溶液：1+1

7.4.2.2 钴基体溶液（镍、锌、铜、镉、锰、钙、镁、铁和铬质量分数均不大于 0.000 2 %）：

$\rho(\text{Co}) \approx 20 \text{ g/L}$ ，称取约 20 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，移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.4.2.3 镍、锌、铜、镉、锰、钙、镁、铁和铬混合标准溶液：1 mL 含镍、锌、铜、镉、锰、钙、镁、铁、铬各 0.01 mg，用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的镍、锌、铜、镉、锰、钙、镁、铁、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。

7.4.2.4 水：符合 GB/T 6682 表 1 中规定的二级水。

7.4.3 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪。

7.4.4 试验步骤

7.4.4.1 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 混合标准溶液，置于 6 个 100 mL 容量瓶中，再分别加 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测定波长处，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 待测元素测定波长

杂质元素	镍	锌	铜	镉	锰	钙	镁	铁	铬
测定波长/nm	221.647	206.191	324.754	214.438	257.610	396.847	279.553	259.940	267.716

7.4.4.2 试验

称取适量试样 1.0 g，精确至 0.000 2 g，置于 100 mL 烧杯中，加适量水，固体样煮沸使之溶解，冷却后，加 2 mL 硝酸溶液，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，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。保留此试验溶液用于钠含量的测定。

7.4.5 试验数据处理

待测元素含量以待测单质的质量分数 w_i 计，按公式（4）计算：

$$w_i = \frac{m_i \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中：

m_i ——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 ——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算术平均值的 10 %。

7.5 铅含量的测定

7.5.1 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。

7.5.2 试剂或材料

7.5.2.1 硝酸溶液：1+1。

7.5.2.2 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。

7.5.2.3 水：符合 GB/T 6682 中规定的二级水。

7.5.3 仪器设备

原子吸收分光光度计：配有铅空心阴极灯。

7.5.4 试验步骤

7.5.4.1 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铅标准溶液，置于6个100 mL容量瓶中，加25 mL钴基体溶液（见7.4.2.2）、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。

7.5.4.2 试验

称取约 2.5 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于 100 mL 烧杯中，加适量水，固体样煮沸使之溶解，冷却后，加 2 mL 硝酸溶液，全部转移至 100 mL 容量瓶中，加水至刻度，摇匀。在原子吸收分光光度计上测定此试验溶液中铅元素的光谱强度，并根据测得的光谱强度，从标准曲线上查出相应的铅的质量。

7.5.5 试验数据处理

铅含量以铅（Pb）质量分数 w_2 计，按公式（5）计算

$$w_2 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (5)$$

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 ——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%。

7.6 钠含量的测定

7.6.1 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钠含量。

7.6.2 试剂或材料

7.6.2.1 硝酸溶液：1+1。

7.6.2.2 钠标准溶液：1 mL 溶液含钠（Na）0.01 mg，用移液管移取 10 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。

7.6.2.3 水：符合 GB/T 6682 表 1 中规定的二级水。

7.6.3 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪。

7.6.4 试验步骤

7.6.4.1 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钠标准溶液，置于6个100 mL容量瓶中，加1 mL钴基体溶液（见7.4.2.2）、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，于波长589.59 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。

7.6.4.2 试验

用移液管移取10 mL试验溶液（见7.4.4.2），置于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。在电感耦合等离子体发射光谱仪上测定钠元素的光谱强度，并根据测得的光谱强度，分别从标准曲线上查出相应的钠的质量。

7.6.5 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：

$$w_3 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times 10/100} \times 100\% \dots\dots\dots (6)$$

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 ——试料（见7.4.4.2）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%。

7.7 砷含量的测定

7.7.1 原理

在酸性溶液中，用碘化钾和氯化亚锡将As（V）还原为As（III）。加锌粒与酸作用，产生新生态氢，使As（III）进一步还原为砷化氢。砷化氢气体与溴化汞试纸作用时，产生棕黄色的汞砷化物，可用于砷的目视比色法测定。

7.7.2 试剂或材料

7.7.2.1.1 盐酸。

7.7.2.1.2 无砷金属锌。

7.7.2.1.3 碘化钾溶液：150g/L。

7.7.2.1.4 氯化亚锡溶液：400g/L。

7.7.2.1.5 乙酸铅棉花。

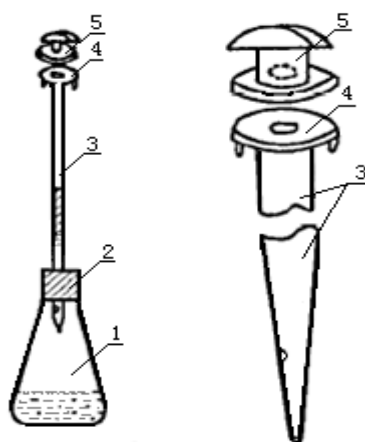
7.7.2.1.6 溴化汞试纸。

7.7.2.1.7 砷标准贮备液：1 mL 溶液含砷（As）0.1mg：用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的砷标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.7.2.1.8 砷标准溶液：1mL 溶液含砷（As）0.001 mg：用移液管移取 1 mL 砷标准储备液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液应在使用当天配置。

7.7.3 仪器设备

测砷装置如图 1 所示。使用时将玻璃帽盖在玻璃管上端管口，使圆孔互相吻合，将溴化汞试纸夹在中间，用橡皮圈或其他适宜的方法将玻璃帽与玻璃管固定。



1-锥形瓶；2-橡胶塞；3-玻璃管；
4-玻璃管上端管口；5-玻璃帽

图1 测砷装置

7.7.4 试验步骤

称取 $1.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 试样，加水溶解后转移至 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀后优等品移取 10mL、一等品移取 5mL 置于锥形瓶或广口瓶中。加 75 mL 水，加 5 mL 盐酸、1 g 碘化钾溶液、0.2 mL 氯化亚锡溶液，摇匀，于室温放置 10 min。然后加入 2.5 g 无砷金属锌，并立即塞上预先装有乙酸铅棉花及溴化汞试纸的测砷管，于约 25°C 放置暗处 1 h。取出溴化汞试纸，所呈砷斑颜色不得深于标准。

分别移取 1 mL 和 2.5 mL 砷标准溶液，分别置于锥形瓶或广口瓶中，加水至 75mL，从“加 5mL 盐酸……”开始，与试样同时同样处理。

优等品试样所得砷斑不得深于 1 mL 砷标准溶液所产生的砷斑；一等品试样所得砷斑不得深于 2.5 mL 砷标准溶液所产生的砷斑。

7.8 汞含量的测定

7.8.1 冷原子吸收光谱法（仲裁法）

7.8.1.1 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含量成正

比，在工作曲线上查得汞含量。

7.8.1.2 试剂或材料

- 7.8.1.2.1 盐酸溶液：1+4。
- 7.8.1.2.2 碘溶液：2.5g/L。
- 7.8.1.2.3 氯化亚锡盐酸溶液：称取 25g 氯化亚锡溶于 50mL 热的浓盐酸中，冷却后移至 250mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。
- 7.8.1.2.4 汞标准溶液贮备液：1mL 溶液含汞（Hg）0.1mg。用移液管移取 10mL 按 HG/T 3696.2 配制的汞标准溶液置于 100mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。
- 7.8.1.2.5 汞标准溶液 1mL 溶液含汞（Hg）0.001mg。用移液管移取 1mL 汞标准溶液贮备液置于 100mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。此溶液使用时现配。

7.8.1.3 仪器设备

- 7.8.1.3.1 原子吸收分光光度计：具低压汞灯或空心阴极灯。
- 7.8.1.3.2 快速响应记录仪。

7.8.1.4 试验步骤

7.8.1.4.1 试验溶液的制备

称取约 2 g 试样，精确至 0.01g，置于 100 mL 烧杯中，加 1 mL 盐酸，加水溶解，完全转移至 50 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。

7.8.1.4.2 工作曲线的绘制

取5个50 mL容量瓶，按表7分别加入汞标准溶液（7.8.1.2.4），稀释至刻度，摇匀。

表 3 汞工作曲线表

分液漏斗编号	1	2	3	4	5
汞标准溶液体积（mL）	0	2.00	4.00	6.00	8.00
工作曲线溶液汞的质量（mg）	0	0.002	0.004	0.006	0.008
a 试剂空白溶液					

将工作曲线溶液依次吸入氢化物发生器（或等效的装置）于 253.7nm 波长处，以水调零，测出其吸光度。从各工作曲线溶液的吸光度减去试剂空白溶液的吸光度，以各溶液中汞的质量（mg）为横坐标，对应的吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

7.8.1.4.3 试验

移取I类15 mL、II类5 mL试验溶液，置于50 mL容量瓶，用水稀释至刻度。试验溶液按7.8.1.4.2中的规定从“吸入氢化物发生器……”开始进行操作，至测定溶液的吸光度。含汞废液按照附录A处理。

7.8.1.5 试验数据处理

汞含量以汞（Hg）的质量分数 w_4 计，按公式（7）计算：

$$w_4 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (7)$$

式中：

m_1 ——从工作曲线上查得试验溶液中汞的质量的数值，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 %。

7.8.2 冷原子荧光法

7.8.2.1 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。

7.8.2.2 试剂或材料

7.8.2.2.1 盐酸溶液（1+1）

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

7.8.2.2.3 碘溶液：2.5g/L。

7.8.2.2.4 汞标准溶液贮备液：1mL 溶液含汞（Hg）0.1mg。用移液管移取 10mL 按 HG/T 3696.2 配制的汞标准溶液置于 100mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。

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

7.8.2.3 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。

7.8.2.4 试验步骤

7.8.2.4.1 工作曲线的绘制

移取汞标准溶液 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、16.00 mL，分别置于 5 个 50 mL 的容量瓶，分别加入 5 mL 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，用原子荧光仪，以高强度汞空心阴极灯为光源，将仪器调至最佳工作条件状态，测定荧光值。从每个汞标准工作溶液的荧光收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。

7.8.2.4.2 试验

I类称取 1 g 试样、II类称取约 0.5 g 试样，精确至 0.001 g，置于 100 mL 烧杯中，加水溶解，完全转移至 50 mL 容量瓶中，加入 5 mL 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 7.8.2.4.1 条进行操作，测得其荧光值。

7.8.2.5 试验数据处理

汞含量以汞（Hg）的质量分数 w_4 计，按公式（8）计算：

$$w_4 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (8)$$

式中：

m_1 ——从工作曲线上查得试验溶液中汞的质量的数值，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 %。

7.9 水不溶物含量的测定

7.9.1 原理

试样溶于水后，经过滤、洗涤后，烘干至质量恒定，根据烘干后残留物的量，确定水不溶物的含量。

7.9.2 仪器设备

7.9.2.1 玻璃砂坩埚：滤板孔径 5 μm ~15 μm 。

7.9.2.2 电热恒温干燥箱：温度能控制在 105 $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

7.9.3 试验步骤

称取约 50 g 试样，精确至 0.01 g，置于 400 mL 烧杯中，加 200 mL 水，加热搅拌，煮沸使其溶解，冷却至室温后，用预先在 105 $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 下质量恒定的玻璃砂坩埚抽滤，用热水充分洗涤后，将玻璃砂坩埚置于 105 $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

7.9.4 试验数据处理

水不溶物含量以质量分数 w_5 计，按公式（8）计算：

$$w_5 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (8)$$

式中：

m_1 ——干燥后水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，平行测定结果的绝对差值不大于 0.001 %。

7.10 氯化物含量的测定

7.10.1 原理

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对。

7.10.2 试剂或材料

7.10.2.1 硝酸溶液：1+4。

7.10.2.2 硝酸银溶液：17 g/L。

7.10.2.3 氯标准溶液：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。

7.10.3 试验步骤

7.10.3.1 无氯化物的工业硫酸钴溶液的制备

称取 $5.00\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ 试样，置于 50 mL 烧杯中，加适量水，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。

7.10.3.2 测定

称取 $5.00\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ 试样，置于 50 mL 烧杯中，加适量水，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 1 mL 硝酸溶液、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分别移取优等品 2.50 mL、一等品 5.00 mL 氯标准溶液，置于 25 mL 比色管中，再分别加入 10 mL 无氯化物的工业硫酸钴溶液、1 mL 硝酸溶液、3 mL 硝酸银溶液，用水稀释至刻度，摇匀

7.11 油分含量的测定

7.11.1 试剂或材料

7.11.1.1 四氯乙烯。

7.11.1.2 无水硫酸钠。

7.11.2 仪器设备

红外分光测油仪。

7.11.3 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%。

8 检验规则

8.1 本文件规定的所有指标项目为出厂检验项目，应逐批检验。

8.2 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精制硫酸钴为一批。每批产品不超过 60 t。

8.3 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、类别、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。

8.4 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。

8.5 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。

9 标志、标签

9.1 精制硫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、类别、等级、净含量、批号或生产日期、保质期、本文件编号及 GB/T 191—2008 中规定的“怕雨”、“怕晒”标志。

9.2 每批出厂的精制硫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、净含量、批号或生产日期、保质期及本文件编号。

10 包装、运输、贮存

10.1 精制硫酸钴包装采用单层包装或双层包装。单层包装为腹膜包装袋。内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋，内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳人工扎口，或用与其相当的其他方式封口；外包装采用塑料编织袋，外袋用维尼龙绳或其他质量相当的线牢固缝口。或内外袋袋口对齐，折边缝合，用维尼龙绳或其他质量相当的线牢固缝口。或根据用户要求协商决定。每袋净含量为：25kg 或根据用户要求协商决定。

10.2 精制硫酸钴在运输过程中，防止雨淋、受热、受潮。严禁与酸类物品混运。

10.3 精制硫酸钴应贮存在通风、阴凉、干燥的库房内，防止雨淋、受潮。严禁与酸类物品混贮。

10.4 精制硫酸钴在符合本文件规定的包装、运输和贮存条件下，自生产之日起保质期不少于 12 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。

A1 方法提要

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。

A2 试剂和溶液

A2.1 氢氧化钠溶液：400g/L；

A2.2 硫化钠($\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$)；

A2.3 过氧化氢溶液：30%。

A3 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 400mL，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。

上述操作中所用试剂均为工业级。
