

**YS**

# 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 256—2000

---

氧 化 钴

Cobalt oxide

2000-10-25 发布

2001-03-01 实施

---

国家有色金属工业局 发布

## 前 言

本标准是对 YS/T 256—1994《氧化钴》(原 GB 6518—86)进行的修订。

在修订中:

- 1) 简化了氧化钴牌号的表示方法;
- 2) 增加了 T 类产品的牌号;
- 3) 对产品杂质含量作了加严处理,并增加了可将 T 类产品细化至 45  $\mu\text{m}$  供应用户的规定;
- 4) 对氧化钴松装密度的测试方法作了新的规定。

本标准自实施之日起,同时代替 YS/T 256—1994。

本标准中附录 A、附录 B、附录 C、附录 D、附录 E、附录 F、附录 G 均为标准的附录。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所提出。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所归口。

本标准由金川有色金属公司起草。

本标准主要起草人:刘东准。

## 氧化钴

## Cobalt oxide

## 1 范围

本标准规定了氧化钴的要求、试验方法、检验规则、包装和质量证明书。

本标准适用于供生产硬质合金、磁性材料、玻璃、搪、陶瓷颜、釉料及其他用途的氧化钴。

## 2 订货单(或合同)内容

- 2.1 产品名称；
- 2.2 牌号；
- 2.3 粒度、杂质含量等特殊要求；
- 2.4 数量；
- 2.5 标准编号；
- 2.6 其他。

## 3 要求

## 3.1 产品分类

氧化钴类别、牌号按表 1 规定划分。

表 1

类 别	牌 号	主 要 用 途
Y	Y0	用于制造硬质合金、磁性材料
	Y1	
	Y2	
T	T0	用于制造玻璃、搪、陶瓷颜、釉料
	T1	
	T2	

## 3.2 化学成分

氧化钴的化学成分应符合表 2 的规定。

## 3.3 物理性能

3.3.1 Y 类氧化钴松装密度应不大于  $0.6 \text{ g/cm}^3$ 。

3.3.2 Y 类氧化钴粒度应小于  $250 \mu\text{m}$ (通过 60 目标准筛网), T 类氧化钴粒度应小于  $150 \mu\text{m}$ (通过 100 目标准筛网)。

## 3.4 表面质量

氧化钴为灰黑色粉末,应保持干燥洁净,无夹杂物。

## 3.5 其他要求

3.5.1 需方如对氧化钴化学成分有特殊要求,可由供需双方协商。

3.5.2 经供需双方协商并在合同中注明,T类氧化钴也可细化至45 μm目供应用户。

## 3.6 安全防护

氧化钴刺激呼吸道粘膜,进行接触氧化钴作业时,应注意防护。

表2 氧化钴的化学成分

%

牌 号		Y0	Y1	Y2	T0	T1	T2	
化 学 成 分	Co 不小于	70.0	70.0	70.0	74.0	72.0	70.0	
	杂 质 含 量  不 大 于	Ni	0.05	0.1	0.1	0.2	0.3	0.3
		Fe	0.01	0.04	0.05	0.2	0.3	0.4
		Ca	0.008	0.01	0.018	—	—	—
		Mn	0.008	0.01	0.015	0.04	0.05	0.05
		Na	0.004	0.008	0.015	—	—	—
		Cu	0.008	0.01	0.05	0.04	0.1	0.2
		Mg	0.01	0.02	0.03	—	—	—
		Zn	0.005	0.005	0.01	0.01	0.05	0.10
		Si	0.01	0.02	0.03	—	—	—
		Pb	0.002	0.005	0.005	0.005	0.005	0.006
	Cd	—	—	—	0.003	0.005	0.006	
	As	0.005	0.01	0.01	0.003	0.005	0.005	
	S	0.01	0.01	0.05	—	—	—	

## 4 试验方法

4.1 化学成分的仲裁分析按附录A、附录B、附录C、附录D、附录E、附录F的规定进行。

4.2 松装密度的测定按附录G的规定进行。

## 5 检验规则

## 5.1 检查与验收

5.1.1 供方技术监督部门负责对产品进行检验,保证产品符合本标准规定,并填写质量证明书。

5.1.2 需方应对收到的产品进行检验,如检验结果与质量证明书所载不符,可在收到产品之日起30日内向供方提出,由供需双方协商解决;如需仲裁,仲裁取样在需方,由供需双方共同进行。

## 5.2 组批

产品应成批提交检验,每批应由同一生产周期产出的氧化钴组成,批量不大于0.5 t。

## 5.3 取样与制样

5.3.1 仲裁取样件数应为本批产品件数100%。

5.3.2 用探针取样器在每件产品中采取等量样品。每件取样应不少于100 g。

5.3.3 将样品混匀、缩分至200 g,均分为4份,分别供仲裁分析、备用及供需双方保存。

## 5.4 检验结果判定

5.4.1 化学成分分析仲裁结果与本标准不符时,该批产品为不合格。

5.4.2 物理性能与本标准不符时,该批产品为不合格。

5.4.3 表面质量与本标准不符时,该件产品为不合格。

## 6 包装、标志和质量证明书

6.1 氧化钴以双层塑料袋扎口封装后,置入铁桶中紧固桶盖密封,或以其他防潮、坚固、并便于装卸、贮运的方式包装。

6.2 每件产品应注明:

- a) 供方名称、地址;
- b) 产品名称和牌号;
- c) 批号;
- d) 净重。

6.3 每批产品须附质量证明书,注明:

- a) 供方名称;
- b) 产品名称和牌号;
- c) 批号;
- d) 批重;
- e) 分析检验结果和技术监督部门印记;
- f) 本标准编号;
- g) 包装日期。

## 附录 A

(标准的附录)

## 亚硝酸钴钾重量法测定钴量

## A1 范围

本方法规定了氧化钴中钴量的测定方法。

本方法适用于氧化钴中钴量的测定。测定范围:65%~75%。

## A2 方法提要

在含有酒石酸的稀乙酸溶液中,钴[Ⅰ]被亚硝酸钾氧化成钴[Ⅲ],并形成不溶于乙酸的亚硝酸钴钾沉淀。过滤,烘干,称量。

## A3 试剂和仪器

A3.1 盐酸( $\rho$ 1.19),优级纯。

A3.2 硝酸( $\rho$ 1.42),优级纯。

A3.3 硫酸( $\rho$ 1.84),优级纯。

A3.4 酒石酸。

A3.5 丙酮。

A3.6 冰乙酸( $\rho$ 1.05)。

A3.7 氢氧化钾(100 g/L)。

A3.8 亚硝酸钾(500 g/L):称取亚硝酸钾 500 g 溶于 400 mL 水中,并过滤于 1 L 容量瓶中,用水稀至刻度,摇匀。

A3.9 亚硝酸钾洗涤液(30 g/L):称取亚硝酸钾 30 g,溶于 800 mL 水中,加入 8 mL 冰乙酸(A3.6),再用水稀至 1 L,摇匀。必要时过滤。

A3.10 乙醇洗涤液(80%)。

A3.11 4号玻璃过滤坩埚。

## A4 分析步骤

## A4.1 测定数量

称取两份试样进行测定,其结果在规定误差范围内取其平均值。否则需要重新测定。

## A4.2 试料

称取 0.500 0 g 试样。

## A4.3 测定

A4.3.1 将试料(A4.2)置于 400 mL 烧杯中,用少量水润湿,加入 40 mL 盐酸(A3.1),加入 10 mL 硝酸(A3.2),低温分解试料,待试料完全分解并浓缩至体积约 3 mL,加入 5 mL 硫酸(A3.3),加热至冒尽三氧化硫,取下,冷却。用少量水淋洗表面皿及杯壁,加水 60 mL,搅拌,加热至煮沸,取下,冷却,加入约 2 g 酒石酸(A3.4),搅匀。

A4.3.2 用氢氧化钾溶液(A3.7)中和至少量氢氧化物沉淀,并用冰乙酸(A3.6)中和至氢氧化物沉淀恰好溶解并过量 8 mL,加热近沸,取下,在不断搅拌下慢慢加入 70 mL 亚硝酸钾溶液(A3.8),充分搅拌后,在水浴上保温 0.5 h,取下,冷却,放置 4 h 以上。

A4.3.3 用已称至恒量的玻璃坩埚(A3.11),减压,过滤。用亚硝酸钾洗涤液(A3.9)洗涤 5 次,用乙醇

洗涤液(A3.10)洗涤 15 次,最后用丙酮(A3.5)洗涤 1 次。

A4.3.4 将坩埚连同沉淀移入预先升至 150℃烘箱中烘 1.5 h,取出,置于干燥器中冷却至室温后,称至恒量。

#### A5 分析结果的表述

按式(A1)计算钴的百分含量:

$$\text{Co}(\%) = \frac{(m_2 - m_1) \times 0.1303}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (A1)$$

式中:  $m_1$ ——玻璃过滤坩埚的质量, g;

$m_2$ ——玻璃过滤坩埚与亚硝酸钴钾的质量, g;

$m_0$ ——试料量, g;

0.1303——亚硝酸钴钾换算成钴的换算因数。

#### A6 允许差

分析结果的差值应不大于表 A1 所列允许差。

表 A1

%

钴 量	允 许 差
>70	0.5

### 附 录 B

(标准的附录)

#### 原子吸收分光光度法测定钠量

##### B1 范围

本方法规定了氧化钴中钠量的测定方法。

本方法适用于氧化钴中钠量的测定。测定范围:0.001%~0.02%。

##### B2 方法提要

在盐酸介质中,以氯化铯作抑制剂,用原子吸收分光光度直接火焰吸收法测定钠量。

##### B3 试剂

B3.1 盐酸( $\rho$ 1.19),优级纯。

B3.2 氯化铯溶液(2 g/L):用光谱纯氯化铯配制。

B3.3 去离子水。

B3.4 钠标准储存溶液:将氯化钠置于 110℃的烘箱内烘干 2 h,取出置于干燥器中冷却至室温后称取 0.2542 g,置于 150 mL 石英烧杯中,用去离子水溶解后移入 1 L 容量瓶中并用去离子水稀至刻度,摇匀。此标准储存溶液 1 mL 含 0.1 mg 钠。再移入塑料瓶中储存。

B3.5 钠标准溶液:移取 5.0 mL 钠标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,用去离子水稀至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 5  $\mu$ g 钠。再移入塑料瓶中储存。

##### B4 仪器

B4.1 原子吸收分光光度计。

**B4.2 钠空心阴极灯。****B4.2.1 工作波长**

钠工作波长: 589 nm。

**B5 分析步骤****B5.1 测定数量**

称取两份试样进行测定, 测定结果在规定误差范围内取其平均值。否则需重新测定。

**B5.2 试料**

按表 B1 称取试样:

表 B1

钠含量, %	试料量, g
<0.005	2.000
0.005~0.01	1.000
>0.01	0.500

**B5.3 空白试验**

随同试料做空白试验。

**B5.4 测定**

**B5.4.1** 将试料(B5.2)置于 150 mL 石英烧杯中, 加入 30 mL 盐酸(B3.1)低温溶解并蒸至近干, 稍冷, 用去离子水(B3.3)淋洗石英表面皿及杯壁, 加热煮沸。

**B5.4.2** 将上述溶液移入 50 mL 容量瓶中, 用去离子水(B3.3)稀至刻度, 摇匀。

**B5.4.3** 分别移取上述溶液 5.0 mL 置于一组 50 mL 容量瓶中, 各加 4.0 mL 氯化铯溶液(B3.2), 分别加入 0.1、0.2、0.3、0 mL 钠标准溶液(B3.5), 用去离子水(B3.3)稀至刻度, 摇匀。

**B5.4.4** 用钠空心阴极灯, 工作波长 589 nm, 用原子吸收分光光度计直接火焰吸收法测量吸光度。以吸光度为纵坐标, 钠量为横坐标绘制工作曲线。用该工作曲线外推, 查得钠量。

**B6 分析结果的表述**

按式(B1)计算钠的百分含量:

$$\text{Na}(\%) = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times \frac{5}{50} \times 100 \quad \dots\dots\dots(\text{B1})$$

式中:  $m_2$ ——试样含钠量, g;

$m_1$ ——空白含钠量, g;

$m_0$ ——试料量, g。

**B7 允许差**

两份试样平行测定结果的有效性按式(B2)判定:

$$x_1 - x_2 < 2.5S_r \cdot \bar{x} \quad \dots\dots\dots(\text{B2})$$

式中:  $S_r$ ——单次测定的相对标准偏差, 其值为 0.10;

$x_1, x_2$ ——两个平行测定结果;

$\bar{x}$ ——两个平行测定结果的算术平均值。

**附录 C**  
(标准的附录)  
**示波极谱法测定硫量**

**C1 范围**

本方法规定了氧化钴中硫量的测定方法。

本方法适用于氧化钴中硫量的测定。测定范围:0.005%~0.1%。

**C2 方法提要**

以氢碘酸-盐酸-次磷酸为还原剂兼作试料溶剂。在蒸馏瓶中加热至沸使试料溶解,并使硫以硫化氢形式还原、逸出。硫经重叠还原以保证还原完全。硫化氢在氮气流体的载带下吸收于1 mol/L 氢氧化钠,0.2 mol/L 盐酸羟胺,0.005%聚乙烯醇的吸收液。在示波极谱上,于-0.5~1.0 V 区间记录硫离子的阴极波峰电流值。

试样中共存0.1 mg 的铁、锰、镉、钙、硅等均不干扰测定。

**C3 试剂**

整个分析过程中用水均为三次离子交换水,并经石英容器蒸馏提纯。

**C3.1 盐酸( $\rho$ 1.19)。**

**C3.2 氢碘酸(经蒸馏提纯处理):**500 mL 氢碘酸加入2%次磷酸钠,放入蒸馏器中,蒸馏速度控制为150~200 mL/h,弃去前段馏分,当沸点达125℃时,收集中段馏分,此时蒸出酸浓度约为7 mol/L。

**C3.3 次磷酸(含量大于50%)。**

**C3.4 还原剂:**300 mL 提纯后的氢碘酸、200 mL 盐酸、150 mL 次磷酸混匀于还原剂提纯装置加热并控制温度,使还原剂保持微沸,通氮下回馏5~8 h,检查合格后使用,检查方法(C5)进行。还原剂配制后2周内有效。

**C3.5 吸收液:**由1 mol/L 氢氧化钠、0.2 mol/L 盐酸羟胺、0.005%聚乙烯醇溶液组成。

**C3.6 硫标准溶液:**准确称取0.5435 g 硫酸钾(预先在105℃干燥1 h),加水溶于1 L 容量瓶中稀释至刻度摇匀,待用。此溶液为1 mL 含0.100 mg 硫。

**C3.7 纯氮(纯度 $\geq$ 99.9%)。****C3.8 洗气液**

**C3.8.1 高锰酸钾(20 g/L)-氯化钡(50 g/L)溶液。**

**C3.8.2 氢氧化钠溶液(200 g/L)。**

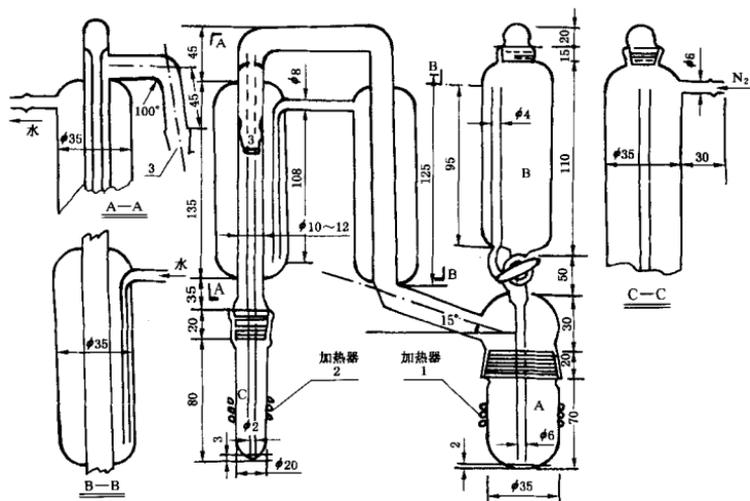
**C3.9 10、25、50 mL 刻度比色管。****C4 仪器和设备**

**C4.1 线性单扫描示波极谱仪。**附三电极系统:滴汞工作电极;双液接饱和甘汞电极(参比电极);铂辅助电极。

**C4.2 重叠还原装置(图 C1)。**

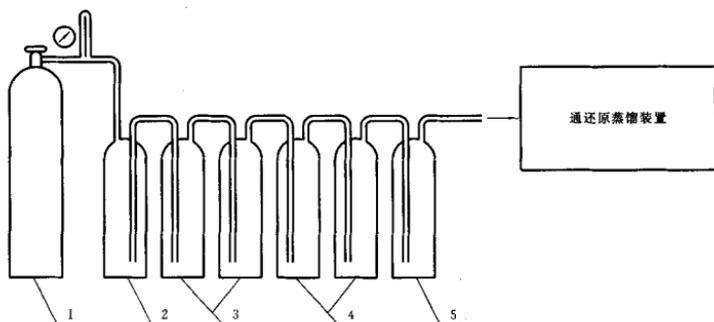
**C4.3 洗气系统,装配顺序如图 C2)。**

**C4.4 还原剂提纯装置(图 C3)。**



A—主还原瓶；B—贮液瓶；C—二次还原瓶；1—600 W 螺旋石英管加热器，由 2 kW 调压器控制温度；  
2—300 W 螺旋玻璃加热器，由 2 kW 调压器控制温度；3—出口，接一聚乙烯毛细管，长约 40 cm，直径  
2~4 mm，出气口处直径 1~1.5 mm

图 C1



1—氮气瓶；2—空瓶；3—高锰酸钾-氯化钡洗涤液(C3.8.1)；  
4—氢氧化钠溶液(C3.8.2)；5—空瓶

图 C2

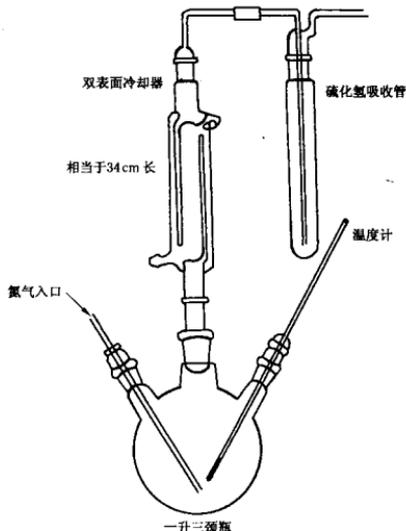


图 C3 还原剂提纯装置

## C5 分析步骤

### C5.1 测定数量

称取两份试样进行测定,测定结果在规定误差范围内取其平均值。否则需重新测定。

### C5.2 试料

按表 C1 称取试样:

表 C1

试样含硫, %	称样量, g	吸收液体积, mL
0.005~0.05	0.500	25.0
>0.05~0.10	0.100	50.0

### C5.3 测定

C5.3.1 称取 0.100~0.500 g 试料于主还原瓶中(图 C1 中 A),将还原剂(C3.4)30 mL 和 5~8 mL 分别加入贮液瓶(图 C1 中 B)和二次还原瓶(图 C1 中 C)中。打开并调整氮气阀门,控制氮流速为大约 50 mL/min,接好吸收管,管内注入定量吸收液。

C5.3.2 启动二次还原加热器,控制温度,使还原剂保证微沸。

C5.3.3 将还原剂从贮液瓶(图 C1 中 B)放入主还原瓶(图 C1 中 A),启动主还原加热器(图 C1 中 1),迅速升温,保证还原剂在 5 min 之内沸腾,注意随时调整温度,防止溶样反应激烈而引起的暴沸。待溶样完毕,使瓶内还原剂保持微沸。

C5.3.4 试料溶毕 15 min 后停止加热,再过 5 min,趁热短时间停止通氮 2~3 s,利用冷缩原理,吸收液自吸入到毛细管 1 cm 左右的高度后继续通氮,反复 2~3 次后,取下吸收管,极谱测定。

C5.3.5 倒取部分吸收液于 10 mL 的电解池中,选用适当的电流倍率(以峰电流值大于满刻度荧光屏的一半为宜),于 -0.50~-1.0 V 区间进行测定,插入电极 1 min 后记录阴极波峰电流值。

C5.3.6 标准测定,准确量取两份同量的与试料中硫量相近的硫标准溶液(C3.6),以下按 C5.3.1~

C5.3.5 进行。两份标准液极差不得超过4%，取其平均值作为标准溶液的峰值。

## C6 分析结果的表述

按式(C1)计算硫的百分含量：

$$S(\%) = \frac{i_s \cdot m_1}{i_t \cdot m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (C1)$$

式中： $i_s$ ——试样的峰电流值；

$i_t$ ——硫标准的峰电流值；

$m_1$ ——硫标准的质量，g；

$m_0$ ——试料量，g。

## C7 允许差

两份试样平行测定结果的有效性按式(C2)判定：

$$x_1 - x_2 < 2.5S_r \cdot \bar{x} \quad \dots\dots\dots (C2)$$

式中： $S_r$ ——单次测定的相对标准偏差(见表C2)；

$x_1, x_2$ ——两个平行测定结果；

$\bar{x}$ ——两个平行测定结果的算术平均值。

表 C2

试样含硫范围，%	0.005~0.02	0.02~0.1
$S_r$ 值	0.04	0.02

## 附录 D

(标准的附录)

### 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法测定砷量

#### D1 范围

本方法规定了氧化钴中砷量的测定方法。

本方法适用于氧化钴中砷量的测定。测定范围：0.000 1%~0.005%。

#### D2 方法提要

在酸性溶液中，用金属锌还原使砷化氢逸出，用 DDTC-Ag 三氯甲烷溶液吸收，反应后生成红色的胶状银，于分光光度计波长 510 nm 处测量吸光度。

#### D3 试剂

D3.1 硝酸( $\rho$ 1.42)。

D3.2 盐酸( $\rho$ 1.19)。

D3.3 无砷锌粒：直径约 1~3 mm，用盐酸(1+1)和水冲洗表面，干燥后使用。

D3.4 碘化钾溶液(300 g/L)。

D3.5 二氯化锡溶液(200 g/L)：称取二氯化锡 20 g，用 20 mL 盐酸溶解后用水稀至 100 mL。

D3.6 乙酸铅脱脂棉：称取 11.8 g 结晶乙酸铅溶于 100 mL 水中，加二滴乙酸，摇匀。将脱脂棉浸入此液中 2 h，取出在室温下晾干后备用。

D3.7 二乙基二硫代氨基甲酸银(DDTC-Ag)三氯甲烷溶液(2.5 g/L):称取 250 mg DDTC-Ag 置于 250 mL 棕色瓶中,加入 97 mL 三氯甲烷及 3 mL 三乙醇胺,充分振荡,放置过夜使其溶解完全,用脱脂棉过滤于另一棕色瓶中。

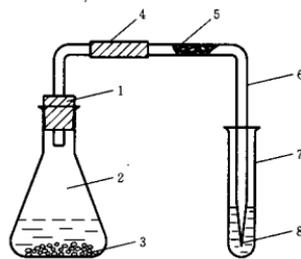
D3.8 砷标准贮存溶液:称取 0.132 0 g 预先在 100~150℃ 烘 1 h 并置于干燥器中冷至室温的三氧化二砷基准试剂,置于 100 mL 烧杯中,加入 5 mL 3% 氢氧化钠溶液,微热溶解,加入 20 mL 硫酸(1+50),冷后移入 1 L 容量瓶中,以水稀至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 砷。

D3.9 砷标准溶液:移取 10.0 mL 砷标准贮存溶液置于 200 mL 容量瓶中,用水稀至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 5 μg 砷。

#### D4 仪器

D4.1 分光光度计。

D4.2 砷化氢发生装置见图 D1。



1—橡皮塞; 2—100 mL 三角烧瓶; 3—无砷锌粒; 4—橡皮管; 5—乙酸棉花;  
6— $\phi$ 8 mm 玻璃弯管; 7—5 mL 比色管; 8—出口直径(1 mm)

图 D1 砷化氢发生装置

#### D5 分析步骤

##### D5.1 测定数量

称取两份试样进行测定,其结果在规定误差范围内取其平均值。否则需重新测定。

##### D5.2 试料

按表 D1 称取试样。

表 D1

砷含量, %	试样量, g
0.000 1~0.001 5	0.500
>0.001 5~0.005	0.200

D5.3 空白试验:随同试料作空白试验。

##### D5.4 测定

D5.4.1 将试料(D5.2)置于 200 mL 烧杯中,加入少量水润湿,加入 30 mL 盐酸(D3.2),10 mL 硝酸(D3.1)加热使试料溶解完全并蒸发至体积约 1 mL,冷却。

D5.4.2 加入 10 mL 盐酸(D3.2),摇匀后移入锥形瓶中并用约 20 mL 水洗表皿及杯壁。然后往锥形瓶中加入 3 mL 碘化钾溶液(D3.4),3 mL 氯化亚锡溶液(D3.5),3~4 g 无砷锌粒(D3.3),立即塞紧瓶塞,使发生的砷化氢经洗滤球导入盛有 4 mL DDTC-Ag 三氯甲烷溶液(D3.7)的吸收瓶中,在室温下反应 40 min。取下导管,用少量三氯甲烷洗涤导管,洗液并入吸收液中,并用三氯甲烷稀至 10 mL,摇匀。

D5.4.3 将部分溶液(D5.4.2)移入1 cm吸收皿中,在分光光度计波长510 nm处测量吸光度。从工作曲线上查出相应的砷量。

#### D5.4.4 工作曲线的绘制

移取0、1.0、1.5、2.0、2.5、3.0 mL砷标准溶液(D3.9)分别置于一组锥形瓶中,加入10 mL盐酸(D3.2),20 mL水,以下按D5.4.2、D5.4.3进行。以砷量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

#### D6 分析结果的表述

按式(D1)计算砷的百分含量:

$$\text{As}(\%) = \frac{m_1}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (D1)$$

式中:  $m_1$ ——自工作曲线上查得的砷量, g;

$m_0$ ——试料量, g。

#### D7 允许差

两份试样平行测定结果的有效性按式(D2)判定:

$$x_1 - x_2 < 2.5S_r \cdot \bar{x} \quad \dots\dots\dots (D2)$$

式中:  $S_r$ ——单次测定的相对标准偏差,其值为0.10;

$x_1$ 、 $x_2$ ——两次平行测定结果;

$\bar{x}$ ——两个平行测定结果的算术平均值。

### 附 录 E

(标准的附录)

#### 原子吸收分光光度法测定镉量

#### E1 范围

本方法规定了氧化钴中镉量的测定方法。

本方法适用于氧化钴中镉量的测定。测定范围:0.003%~0.006%。

#### E2 方法提要

在硝酸介质中,采用直接火焰原子吸收分光光度法测定镉量。

#### E3 试剂

E3.1 盐酸( $\rho$ 1.19)。

E3.2 硝酸( $\rho$ 1.42)。

E3.3 硝酸(1+19)。

E3.4 镉标准储存溶液:称取0.5000 g金属镉(99.9%以上)置于200 mL烧杯中,加入约20 mL硝酸(1+2),低温分解完全。冷却后移入1 L容量瓶中并用水稀释至刻度,摇匀。此溶液1 mL含0.5 mg镉。

E3.5 镉标准溶液:移取10.0 mL镉标准储存溶液置于1 L容量瓶中,加入50 mL硝酸(1+19),用水稀至刻度,摇匀。此溶液1 mL含5  $\mu$ g镉。

#### E4 仪器

E4.1 原子吸收分光光度计。

E4.2 镉空心阴极灯。

E4.3 比色管:25 mL。

E4.4 工作波长

镉工作波长:228.8 nm。

## E5 分析步骤

### E5.1 测定数量

称取两份试样进行测定,测定结果在规定误差范围内取其平均值。否则需重新测定。

### E5.2 试料

称取试样 0.500 g。

### E5.3 测定

E5.3.1 将试料(E5.2)置于 200 mL 烧杯中,加入 20 mL 盐酸(E3.1)、5 mL 硝酸(E3.2),低温分解样品至完全并蒸至湿盐状,加入 10 mL 硝酸(E3.3),加热溶解盐类,冷却。

E5.3.2 将上述溶液用少量水移入比色管(E4.3)中并用硝酸(E3.3)稀至刻度,摇匀。

E5.3.3 用镉空心阴极灯(E4.2)在 228.8 nm 工作波长下,用原子吸收分光光度计直接火焰原子吸收法测量吸光度,从工作曲线上查出相应的镉量。

### E5.3.4 基体溶液的配制与标准曲线的绘制

E5.3.4.1 称取 4 份氧化钴(含镉<0.0001%),每份 0.500 g,分别置于 200 mL 烧杯中,各加入 20 mL 盐酸(E3.1)、5 mL 硝酸(E3.2)低温分解样品并蒸至湿盐状,加入 10 mL 硝酸(E3.3),加热分解盐类,冷却。

E5.3.4.2 将上述溶液用少量水移入一组比色管中并分别加入 0、1.0、2.0、3.0 mL 镉标准溶液(E3.5),用硝酸(E3.3)稀至刻度,摇匀。

E5.3.4.3 用镉空心阴极灯在 228.8 nm 工作波长下,用原子吸收分光光度计直接火焰吸收法测量吸光度。以吸光度为纵坐标,镉量为横坐标绘制工作曲线。

## E6 分析结果的表述

按式(E1)计算镉的百分含量:

$$\text{Cd}(\%) = \frac{m_1}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(\text{E1})$$

式中:  $m_1$ ——试样中含镉量, g;

$m_0$ ——试料量, g。

## E7 允许差

两份试样平行测定结果的有效性按式(E2)判定:

$$x_1 - x_2 < 2.5S_r \cdot \bar{x} \quad \dots\dots\dots(\text{E2})$$

式中:  $S_r$ ——单次测定的相对标准偏差,其值为 0.10;

$x_1, x_2$ ——两个平行测定结果;

$\bar{x}$ ——两个平行测定结果的算术平均值。

## 附录 F

(标准的附录)

## 发射光谱法测定锌、镍、铁、铜、铅、镁、锰、钙及硅

## F1 范围

本方法规定了氧化钴中下列杂质元素的测定方法。

本方法适用于测定氧化钴中下列含量范围的杂质元素：

元素名称	含量，%
Zn	0.001~0.02
Ni	0.005~0.50
Fe	0.005~0.50
Cu	0.005~0.20
Pb	0.001~0.01
Mg	0.001~0.20
Mn	0.001~0.20
Ca	0.006~0.02
Si	0.001~0.05

## F2 方法提要

以碳酸钡为缓冲剂，用直流电弧激发光谱，三标准试样法测定杂质。

## F3 试剂和材料

F3.1 碳酸钡：光谱纯。

F3.2 显影液和定影液：按光谱感光版说明书配制。

F3.3 光谱感光版：灵敏度  $12 \pm 8$  (紫外 I 型) 或灵敏度  $20 \pm 5$  (紫外 II 型)。

F3.4 石墨电极：直径 6 mm，光谱纯。试样电极车制成直径 4 mm、深 4 mm 的孔穴，对电极车制成顶端直径 3~4 mm 的截锥体。

F3.5 氧化钴光谱分析标准物质。

## F4 仪器和设备

F4.1 光栅摄谱仪。

F4.2 直流电源及高频引弧装置。

F4.3 测微光度计。

F4.4 光谱电极车床。

## F5 分析步骤

F5.1 称取两份试样(每份 2.0 g)分别和 1.0 g 碳酸钡(F3.1)置于玛瑙研钵中研磨 10 min，混匀。

F5.2 粉状氧化钴标准物质按 F5.1 处理。

F5.3 将试样(F5.1)及标准物质(F5.2)按同等压力嵌入试样电极孔穴中。

F5.4 将试样电极作为阳极，对电极作为阴极，按表 F1 条件摄谱。

表 F1

放电形式	仪器条件	电学参数	曝光时间	感光版
直流电弧 阳极激发	缝宽 0.005~0.008 mm 三透 镜照明系统三阶梯光谱减光器 中间光阑 3.2 mm 电极距 3 mm	电压 230 V 电流 6 A	无预燃曝光 40~50 s	紫外 I 型或 紫外 II 型

注：试样及标准物质(标准物质不得少于 4 点)在同一块感光版上摄谱。每一份试样及每一点标准物质分别摄 3 条谱图。

F5.5 感光版的处理：按光谱感光版说明书进行。

F5.6 用测微光度计在试样及标准物质的光谱图中测量分析线及内标线的换值黑度。

使用的分析线、内标线及测定的含量范围见表 F2。

表 F2

分析元素	分析线, $10^{-1}$ nm	内标线(铂), $10^{-1}$ nm	测定范围, %
Zn	3 345.0	3 344.2	0.001~0.02
Ni	3 002.5	2 975.4	0.005~0.05 0.01~0.50
	3 003.6	7 975.4	
Cu	2 492.2	2 561.2	0.005~0.20
Fe	2 719.0	2 787.0	0.005~0.05 0.01~0.50
	3 067.2	2 975.4	
Pb	2 833.1	2 787.0	0.001~0.01
Mg	2 802.7	2 787.0	0.001~0.01 0.01~0.20
	2 779.8	2 787.0	
Mn	2 794.8	2 787.0	0.001~0.02 0.01~0.20
	2 949.2	2 975.4	
Ca	3 179.3	2 975.4	0.006~0.02
Si	2 516.1	2 561.2	0.001~0.01 0.01~0.05
	2 881.6	2 787.0	

F5.7 依据测量的换值黑度计算分析线对的换值黑度差  $\Delta P$ ，并按三份平行光谱图测定求出平均值  $\Delta \bar{P}$ 。

用标准物质的换值黑度差  $\Delta \bar{P}$  与相应的含量对数  $\log c$  绘制分析曲线，以试样的换值黑度差  $\Delta \bar{P}$  从相应元素的分析曲线上查出含量对数，求出含量。

以两份试样平行测定的算术平均值作为测定结果。

## F6 允许差

两份试样平行测定结果的有效性按式(F1)判定：

$$x_1 - x_2 < 2.5S_r \cdot \bar{x} \quad \dots\dots\dots (F1)$$

式中： $S_r$ ——单次测定的相对标准偏差(见表 F3)；

$x_1, x_2$ ——两个平行测定结果；

$\bar{x}$ ——两个平行测定结果的算术平均值。

表 F3

分析元素	下列含量范围(%)的 S <sub>i</sub> 值			
	0.001~0.005	0.005~0.01	0.01~0.1	0.1~0.5
锌	0.15	0.10	0.10	—
镍	—	0.15	0.10	0.10
铁	—	0.15	0.10	0.10
铜	—	0.15	0.10	0.10
铅	0.15	0.10	—	—
镁	0.15	0.15	0.10	0.10
锰	0.15	0.10	0.10	0.10
钙	—	0.15	0.10	—
硅	0.15	0.15	0.10	—

## 附录 G

(标准的附录)

## 松装密度的测定

## G1 定义、单位与符号

## G1.1 定义

松装密度: 在规定条件下, 自由装填容器所得的粉末密度。

## G1.2 单位与符号

量的名称	符 号	单位名称	单位符号
松装密度	$P$	克每立方厘米	$g/cm^3$
质量	$m$	克	$g$
体积	$V$	立方厘米	$cm^3$

## G2 方法提要

将受检样品放入与产品要求相应网目的筛网上, 在外力作用下, 试样均匀落入已知体积的量杯中, 将量杯充满, 呈松散状态, 然后称量杯中试样质量, 计算松装密度。

## G3 操作

G3.1 将试样均匀加入筛网上, 用毛刷轻轻刷动, 使试样通过筛网均匀落入量杯中, 直到杯口有试样溢出为止。

G3.2 用直尺沿杯口将试样刮平, 并应避免摇晃、振动量杯, 以免震实或带出试样。

G3.3 轻轻拍打杯壁, 使试样下沉, 并清洁量杯外壁。

G3.4 称量量杯中试样质量。

## G4 测定结果表述

按式(G1)计算松装密度

$$P = m/V \quad \dots\dots\dots(G1)$$

式中： $P$ ——试样松装密度，g/cm<sup>3</sup>；  
 $m$ ——试样质量，g；  
 $V$ ——量杯体积，cm<sup>3</sup>。

---