



中华人民共和国国家标准

GB/T 23846—2017
代替 GB/T 23846—2009

电镀用氨基磺酸钴

Cobalt sulfamate for electroplating

2017-12-29 发布

2018-07-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 23846—2009《电镀用氨基磺酸钴》，与 GB/T 23846—2009 相比主要技术变化如下：

- 删除了范围中分子式和相对分子质量的表述(见第 1 章,2009 年版的第 1 章)；
- 修改了要求中钠、硫酸盐和密度的指标值,删除了对硝酸盐的要求(见第 3 章,2009 年版的第 3 章)；
- 增加了试液的制备方法(见 4.2)；
- 增加了镍、铜、铁、铅、锌、锰、钠和铬含量的计算公式(见 4.5、4.6、4.7、4.8、4.9、4.10、4.11 和 4.12,2009 年版的 4.2、4.3、4.4、4.5、4.6、4.7、4.8 和 4.9)；
- 修改了硫酸盐、氯化物和密度的分析步骤(见 4.13、4.14 和 4.16,2009 年版的 4.10、4.12 和 4.14)；
- 修改了测定 pH 值的规定(见 4.15,2009 年版的 4.13)；
- 删除了硝酸盐含量的试验方法(见 2009 年版的 4.11)；
- 修改了检验规则的内容(见 5.5,2009 年版的 5.5、5.6 和 5.7)；
- 增加了“安全”的章条(见第 7 章)。

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硫和硫酸分技术委员会(SAC/TC 63/SC 7)归口。

本标准起草单位：江西核工业兴中新材料有限公司、南化集团研究院。

本标准主要起草人：胡昌文、汤森进、邹文、曾昭崐、叶为辉、于金刚。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 23846—2009。

电镀用氨基磺酸钴

警示——本标准中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，部分操作具有危险性。本标准并未揭示所有可能的安全问题，使用者应严格按照有关规定正确使用，并有责任采取适当的安全和健康措施。

1 范围

本标准规定了电镀用氨基磺酸钴的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存和安全。
本标准适用于以钴盐或金属钴为原料制得的电镀用氨基磺酸钴。

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 6678—2003 化工产品采样总则
- GB/T 6682 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
- GB/T 9724 化学试剂 pH 值测定通则

3 要求

电镀用氨基磺酸钴的质量应符合表 1 的要求。

表 1

项目	指标
外观	红色,透明液体
钴(Co)含量/(g/L)	≥150
镍(Ni)含量/(mg/L)	≤50
铜(Cu)含量/(mg/L)	≤5
铁(Fe)含量/(mg/L)	≤10
铅(Pb)含量/(mg/L)	≤10
锌(Zn)含量/(mg/L)	≤5
锰(Mn)含量/(mg/L)	≤5
钠(Na)含量/(mg/L)	≤5
铬(Cr)含量/(mg/L)	≤5

表 1 (续)

项目	指标
硫酸盐(以 SO_4^{2-} 计)含量/(mg/L) $\leq$	500
氯化物(以 Cl^- 计)含量/(mg/L) $\leq$	5
pH 值	3.8~4.2
密度(20 °C)/(g/mL) $\geq$	1.448

4 试验方法

4.1 一般规定

本标准中所用的试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和按 GB/T 6682 规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。

4.2 试液的制备

4.2.1 试液 A 的制备

量取 10.00 mL 试样于 100 mL 容量瓶中,移液管靠壁放置流 15 min,用水稀释至刻度,摇匀,此为试液 A。

4.2.2 试液 B 的制备

量取 100.00 mL 试样于 250 mL 容量瓶中,移液管靠壁放置流 15 min,用水稀释至刻度,摇匀,此为试液 B。

4.3 外观的测定

量取 50 mL 试样,注入 50 mL 比色管中,沿比色管直径对光目视测定。

4.4 钴含量的测定

4.4.1 原理

在碱性介质中,钴与乙二胺四乙酸二钠络合反应,以紫脲酸铵为指示剂,用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液滴定,至溶液呈紫红色为终点。

4.4.2 试剂

4.4.2.1 氨-氯化铵缓冲溶液甲:pH $\approx$ 10。

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

4.4.2.3 紫脲酸铵混合指示剂。

4.4.3 分析步骤

量取 5.00 mL 试液 A(见 4.2.1)于 250 mL 锥形瓶中,加水至约 50 mL,摇匀。用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液滴定至终点前 1 mL 时[根据取样量和乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液

的浓度计算标准滴定溶液的量],加 10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液甲、0.05 g~0.1 g 紫脲酸铵混合指示剂,继续滴定至溶液呈紫红色为终点。

4.4.4 结果计算

钴(Co)含量 X_1 ,数值以 g/L 表示,按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{VcM}{5 \times 5/100} = \frac{VcM}{0.25} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- V ——乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- c ——乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- M ——钴的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=58.933$);
- 5 ——试料的体积的数值,单位为毫升(mL);
- 5/100 ——测定时量取试液体积与试液总体积的比值。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的相对偏差应不大于 2%。

4.5 镍含量的测定

4.5.1 原理

处于气态的被测元素基态原子对该元素的原子共振辐射有强烈的吸收作用,基态镍原子对作为锐线光源的镍的空心阴极灯所辐射的单色光产生吸收,在一定浓度范围内,其吸光度与试样中该元素的浓度成正比。

4.5.2 试剂

- 4.5.2.1 盐酸溶液:1+9。
- 4.5.2.2 镍(Ni)标准溶液:0.1 mg/mL。

4.5.3 仪器

原子吸收分光光度计:具有镍空心阴极灯。

4.5.4 分析步骤

取四只 50 mL 容量瓶,分别向其中加入 1.00 mL 试液 B(见 4.2.2)、5 mL 盐酸溶液,再依次加入 0 mL、0.2 mL、0.4 mL、0.8 mL 的镍标准溶液(对应镍的质量为 0 mg、0.02 mg、0.04 mg、0.08 mg),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状态,点燃空气-乙炔火焰,以体积分数为 1% 的盐酸溶液调零,在波长为 232.0 nm 处,分别测定其吸光度。

4.5.5 结果计算

以加入的标准溶液中镍的质量为横坐标,相应吸光度为纵坐标,绘制曲线,将曲线反向延长与横坐标相交,交点的质量即为被测溶液中镍的质量。该质量也可根据测定的吸光度用回归方程法计算。

镍(Ni)含量 X_2 ,数值以 mg/L 表示,按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{m}{100 \times 1/250 \times 10^{-3}} = 2\,500m \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- m ——从曲线上查得的或用线性回归方程计算出的镍的质量的数值,单位为毫克(mg);
- 100 ——试料的体积的数值,单位为毫升(mL);

1/250——测定时量取试液体积与试液总体积的比值。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的相对偏差应不大于10%。

4.6 铜含量的测定

4.6.1 原理

处于气态的被测元素基态原子对该元素的原子共振辐射有强烈的吸收作用,基态铜原子对作为锐线光源的铜的空心阴极灯所辐射的单色光产生吸收,在一定浓度范围内,其吸光度与试样中该元素的浓度成正比。

4.6.2 试剂

4.6.2.1 盐酸溶液:1+9。

4.6.2.2 铜(Cu)标准溶液:0.1 mg/mL。

4.6.3 仪器

原子吸收分光光度计:具有铜空心阴极灯。

4.6.4 分析步骤

取四只50 mL容量瓶,分别向其中加入10.00 mL试液B(见4.2.2)、5 mL盐酸溶液,再依次加入0 mL、0.1 mL、0.2 mL、0.3 mL的铜标准溶液(对应铜的质量为0 mg、0.01 mg、0.02 mg、0.03 mg),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状态,点燃空气-乙炔火焰,以体积分数为1%的盐酸溶液调零,在波长为324.8 nm处,分别测定其吸光度。

4.6.5 结果计算

以加入的标准溶液中铜的质量为横坐标,相应吸光度为纵坐标,绘制曲线,将曲线反向延长与横坐标相交,交点的质量即为被测溶液中铜的质量。该质量也可根据测定的吸光度用回归方程法计算。

铜(Cu)含量 X_3 ,数值以mg/L表示,按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{m}{100 \times 10/250 \times 10^{-3}} = 250m \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m ——从曲线上查得的或用线性回归方程计算出的铜的质量的数值,单位为毫克(mg);

100 ——试料的体积的数值,单位为毫升(mL);

10/250——测定时量取试液体积与试液总体积的比值。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的相对偏差应不大于25%。

4.7 铁含量的测定

4.7.1 原理

处于气态的被测元素基态原子对该元素的原子共振辐射有强烈的吸收作用,基态铁原子对作为锐线光源的铁的空心阴极灯所辐射的单色光产生吸收,在一定浓度范围内,其吸光度与试样中该元素的浓度成正比。

4.7.2 试剂

4.7.2.1 盐酸溶液:1+9。

4.7.2.2 铁(Fe)标准溶液:0.1 mg/mL。

4.7.3 仪器

原子吸收分光光度计:具有铁空心阴极灯。

4.7.4 分析步骤

取四只 50 mL 容量瓶,分别向其中加入 10.00 mL 试液 B(见 4.2.2)、5 mL 盐酸溶液,再依次加 0 mL、0.5 mL、1.0 mL、1.5 mL 的铁标准溶液(对应铁的质量为 0 mg、0.05 mg、0.10 mg、0.15 mg),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状态,点燃空气-乙炔火焰,以体积分数为 1% 的盐酸溶液调零,在波长为 248.3 nm 处,分别测定其吸光度。

4.7.5 结果计算

以加入的标准溶液中铁的质量为横坐标,相应吸光度为纵坐标,绘制曲线,将曲线反向延长与横坐标相交,交点的质量即为被测溶液中铁的质量。该质量也可根据测定的吸光度用回归方程法计算。

铁(Fe)含量 X_4 ,数值以 mg/L 表示,按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{m}{100 \times 10 / 250 \times 10^{-3}} = 250m \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m ——从曲线上查得的或用线性回归方程计算出的铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

100 ——试料的体积的数值,单位为毫升(mL);

10/250——测定时量取试液体积与试液总体积的比值。

取平行测定结果的算术平均值为报告结果,平行测定结果的相对偏差应不大于 25%。

4.8 铅含量的测定

4.8.1 原理

处于气态的被测元素基态原子对该元素的原子共振辐射有强烈的吸收作用,基态铅原子对作为锐线光源的铅的空心阴极灯所辐射的单色光产生吸收,在一定浓度范围内,其吸光度与样品中该元素的浓度成正比。

4.8.2 试剂

4.8.2.1 盐酸溶液:1+9。

4.8.2.2 铅(Pb)标准溶液:0.1 mg/mL。

4.8.3 仪器

原子吸收分光光度计:具有铅空心阴极灯。

4.8.4 分析步骤

取四只 50 mL 容量瓶,分别向其中加入 10.00 mL 试液 B(见 4.2.2)、5 mL 盐酸溶液,再依次加入 0 mL、0.5 mL、1.0 mL、1.5 mL 的铅标准溶液(对应铅的质量为 0 mg、0.05 mg、0.10 mg、0.15 mg),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状态,点燃空气-乙炔火焰,以体积分数为 1% 的盐酸溶液调零,在波长为 283.3 nm 处,分别测定其吸光度。

4.8.5 结果计算

以加入的标准溶液中铅的质量为横坐标,相应吸光度为纵坐标,绘制曲线,将曲线反向延长与横坐标相交,交点的质量即为被测溶液中铅的质量。该质量也可根据测定的吸光度用回归方程法计算。

铅(Pb)含量 X_5 ,数值以 mg/L 表示,按式(5)计算:

$$X_5 = \frac{m}{100 \times 10/250 \times 10^{-3}} = 250m \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m ——从曲线上查得的或用线性回归方程计算出的铅的质量的数值,单位为毫克(mg);

100 ——试料的体积的数值,单位为毫升(mL);

10/250——测定时量取试液体积与试液总体积的比值。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的相对偏差应不大于 25%。

4.9 锌含量的测定

4.9.1 原理

处于气态的被测元素基态原子对该元素的原子共振辐射有强烈的吸收作用,基态锌原子对作为锐线光源的锌的空心阴极灯所辐射的单色光产生吸收,在一定浓度范围内,其吸光度与试样中该元素的浓度成正比。

4.9.2 试剂

4.9.2.1 盐酸溶液:1+9。

4.9.2.2 锌(Zn)标准溶液:0.1 mg/mL。

4.9.3 仪器

原子吸收分光光度计:具有锌空心阴极灯。

4.9.4 分析步骤

取四只 50 mL 容量瓶,分别向其中加入 10.00 mL 试液 B(见 4.2.2)、5 mL 盐酸溶液,再依次加入 0 mL、0.1 mL、0.2 mL、0.3 mL 的锌标准溶液(对应锌的质量为 0 mg、0.01 mg、0.02 mg、0.03 mg),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状态,点燃空气-乙炔火焰,以体积分数为 1% 的盐酸溶液调零,在波长为 213.9 nm 处,分别测定其吸光度。

4.9.5 结果计算

以加入的标准溶液中锌的质量为横坐标,相应吸光度为纵坐标,绘制曲线,将曲线反向延长与横坐标相交,交点的质量即为被测溶液中锌的质量。该质量也可根据测定的吸光度用回归方程法计算。

锌(Zn)含量 X_6 ,数值以 mg/L 表示,按式(6)计算:

$$X_6 = \frac{m}{100 \times 10/250 \times 10^{-3}} = 250m \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

m ——从曲线上查得的或用线性回归方程计算出的锌的质量的数值,单位为毫克(mg);

100 ——试料的体积的数值,单位为毫升(mL);

10/250——测定时量取试液体积与试液总体积的比值。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的相对偏差应不大于 25%。

4.10 锰含量的测定

4.10.1 原理

处于气态的被测元素基态原子对该元素的原子共振辐射有强烈的吸收作用,基态锰原子对作为锐线光源的锰的空心阴极灯所辐射的单色光产生吸收,在一定浓度范围内,其吸光度与试样中该元素的浓度成正比。

4.10.2 试剂

4.10.2.1 盐酸溶液:1+9。

4.10.2.2 锰(Mn)标准溶液:0.1 mg/mL。

4.10.3 仪器

原子吸收分光光度计:具有锰空心阴极灯。

4.10.4 分析步骤

取四只 50 mL 容量瓶,分别向其中加入 10.00 mL 试液 B(见 4.2.2)、5 mL 盐酸溶液,再依次加入 0 mL、0.2 mL、0.4 mL、0.6 mL 的锰标准溶液(对应锰的质量为 0 mg、0.02 mg、0.04 mg、0.06 mg),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状态,点燃空气-乙炔火焰,以体积分数为 1% 的盐酸溶液调零,在波长为 279.5 nm 处,分别测定其吸光度。

4.10.5 结果计算

以加入的标准溶液中锰的质量为横坐标,相应吸光度为纵坐标,绘制曲线,将曲线反向延长与横坐标相交,交点的质量即为被测溶液中锰的质量。该质量也可根据测定的吸光度用回归方程法计算。

锰(Mn)含量 X_7 ,数值以 mg/L 表示,按式(7)计算:

$$X_7 = \frac{m}{100 \times 10/250 \times 10^{-3}} = 250m \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

m ——从曲线上查得的或用线性回归方程计算出的锰的质量的数值,单位为毫克(mg);

100 ——试料的体积的数值,单位为毫升(mL);

10/250——测定时量取试液体积与试液总体积的比值。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的相对偏差应不大于 25%。

4.11 钠含量的测定

4.11.1 原理

处于气态的被测元素基态原子对该元素的原子共振辐射有强烈的吸收作用,基态钠原子对作为锐线光源的钠的空心阴极灯所辐射的单色光产生吸收,在一定浓度范围内,其吸光度与试样中该元素的浓度成正比。

4.11.2 试剂

4.11.2.1 盐酸溶液:1+9。

4.11.2.2 钠(Na)标准溶液:0.1 mg/mL。

4.11.3 仪器

原子吸收分光光度计：具有钠空心阴极灯。

4.11.4 分析步骤

取四只 50 mL 容量瓶，分别向其中加入 10.00 mL 试液 B(见 4.2.2)、5 mL 盐酸溶液，再依次加入 0 mL、0.5 mL、1.0 mL、1.5 mL 的钠标准溶液(对应钠的质量为 0 mg、0.05 mg、0.10 mg、0.15 mg)，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状态，点燃空气-乙炔火焰，以体积分数为 1% 的盐酸溶液调零，在波长为 589.0 nm 处，分别测定其吸光度。

4.11.5 结果计算

以加入的标准溶液中钠的质量为横坐标，相应吸光度为纵坐标，绘制曲线，将曲线反向延长与横坐标相交，交点的质量即为被测溶液中钠的质量。该质量也可根据测定的吸光度用回归方程法计算。

钠(Na)含量 X_s ，数值以 mg/L 表示，按式(8)计算：

$$X_s = \frac{m}{100 \times 10 / 250 \times 10^{-3}} = 250m \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中：

m ——从曲线上查得的或用线性回归方程计算出的钠的质量的数值，单位为毫克(mg)；

100 ——试料的体积的数值，单位为毫升(mL)；

10/250——测定时量取试液体积与试液总体积的比值。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的相对偏差应不大于 25%。

4.12 铬含量的测定

4.12.1 原理

处于气态的被测元素基态原子对该元素的原子共振辐射有强烈的吸收作用，基态铬原子对作为锐线光源的铬的空心阴极灯所辐射的单色光产生吸收，在一定浓度范围内，其吸光度与试样中该元素的浓度成正比。

4.12.2 试剂

4.12.2.1 硫酸溶液：1+9。

4.12.2.2 硫酸钠溶液：110 g/L。

4.12.2.3 铬(Cr)标准溶液：0.1 mg/mL。

4.12.3 仪器

原子吸收分光光度计：具有铬空心阴极灯。

4.12.4 分析步骤

取四只 50 mL 容量瓶，分别向其中加入 10.00 mL 试液 B(见 4.2.2)，依次加入 0 mL、0.5 mL、1.0 mL、1.5 mL 的铬标准溶液(对应铬的质量为 0 mg、0.05 mg、0.10 mg、0.15 mg)，再各加 5 mL 硫酸溶液、5 mL 硫酸钠溶液，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状态，点燃空气-乙炔火焰，以体积分数为 1% 的盐酸溶液调零，在波长为 357.9 nm 处，分别测定其吸光度。

4.12.5 结果计算

以加入的标准溶液中铬的质量为横坐标,相应吸光度为纵坐标,绘制曲线,将曲线反向延长与横坐标相交,交点的质量即为被测溶液中铬的质量。该质量也可根据测定的吸光度用回归方程法计算。

铬(Cr)含量 X_9 ,数值以 mg/L 表示,按式(9)计算:

$$X_9 = \frac{m}{100 \times 10/250 \times 10^{-3}} = 250m \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中:

- m ——从曲线上查得的或用线性回归方程计算出的铬的质量的数值,单位为毫克(mg);
- 100 ——试料的体积的数值,单位为毫升(mL);
- 10/250——测定时量取试液体积与试液总体积的比值。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的相对偏差应不大于 25%。

4.13 硫酸盐含量的测定

4.13.1 原理

硫酸根与钡离子在酸性介质中生成白色的硫酸钡沉淀,在乙醇溶液中形成浑浊液,与标准浑浊液进行目视比浊。

4.13.2 试剂

- 4.13.2.1 无水乙醇。
- 4.13.2.2 盐酸溶液:1+4。
- 4.13.2.3 氯化钡溶液:250 g/L。
- 4.13.2.4 硫酸盐(以 SO_4^{2-} 计)标准溶液:0.1 mg/mL。

4.13.3 分析步骤

4.13.3.1 不含硫酸根的氨基磺酸钴溶液的制备

量取 20.00 mL 试液 A(见 4.2.1)于 100 mL 容量瓶中,加入 20 mL 无水乙醇、2 mL 盐酸溶液,在不断摇动下滴加 10 mL 氯化钡溶液,用水稀释至刻度,摇匀,放置 12 h~18 h,过滤,收集滤液。

4.13.3.2 试液的制备

量取 20.00 mL 试液 A(见 4.2.1)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此为溶液 B。分取 10.00 mL 溶液 B 于 25 mL 比色管中,加入 5 mL 无水乙醇,1 mL 盐酸溶液,在不断摇动下滴加 2.5 mL 氯化钡溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

4.13.3.3 标准比对溶液的制备

取 10 mL 不含硫酸根的氨基磺酸钴溶液(见 4.13.3.1)于 25 mL 比色管中,加入 0.5 mL 的硫酸盐标准溶液、3 mL 无水乙醇、0.8 mL 盐酸溶液,在不断摇动下滴加 1.5 mL 氯化钡溶液,用水稀释至刻度,摇匀,与同体积试样溶液同时同样处理。

4.13.3.4 测定

将试液与标准比对溶液同时放置 10 min 进行目视比浊,试液所呈浊度不得大于标准比对溶液。

4.14 氯化物含量的测定

4.14.1 原理

氯离子与银离子在酸性介质中生成白色的氯化银沉淀,对此浑浊液进行目视比浊。

4.14.2 试剂

4.14.2.1 硝酸溶液:1+3。

4.14.2.2 硝酸银溶液:17 g/L。

4.14.2.3 氯化物(以 Cl^- 计)标准溶液:0.1 mg/mL。

4.14.2.4 氯化物(以 Cl^- 计)标准溶液:0.01 mg/mL。

量取 10.00 mL 氯化物标准溶液(见 4.14.2.3)置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液使用时现配。

4.14.3 分析步骤

4.14.3.1 不含氯化物的氨基磺酸钴溶液的制备

量取 10.00 mL 试样于 100 mL 容量瓶中,移液管靠壁放置流 15 min,加入 10 mL 硝酸溶液、5 mL 硝酸银溶液,用水稀释至刻度,摇匀,放置 12 h~18 h,过滤,收集滤液。

4.14.3.2 试液的制备

量取 20.00 mL 试液 A(见 4.2.1)于 25 mL 比色管中,加 2 mL 硝酸溶液,1 mL 硝酸银溶液,稀释至刻度,摇匀。

4.14.3.3 标准比对溶液的制备

取 10 mL 不含氯化物的氨基磺酸钴溶液(见 4.14.3.1)于 25 mL 比色管中,加入 0.5 mL 的氯标准溶液(见 4.14.2.4)、1 mL 硝酸溶液、0.5 mL 硝酸银溶液,稀释至刻度,摇匀,与同体积试样溶液同时同样处理。

4.14.3.4 测定

将试液与标准比对溶液同时放置 10 min 进行目视比浊,试液所呈浊度不得大于标准比对溶液。

4.15 pH 值的测定

按 GB/T 9724 中的规定对试样直接测定。

4.16 密度(20 °C)的测定

4.16.1 原理

不同密度的液体,密度计浸入液体的高度不同,根据不同的高度,确定液体的密度。

4.16.2 仪器

4.16.2.1 玻璃密度计:1.40 g/mL~1.50 g/mL,分度值 0.001。

4.16.2.2 温度计:0 °C~50 °C,分度值为 0.5 °C。

4.16.2.3 恒温水浴锅。

4.16.3 测定

用试样洗涤量筒和密度计,取一定量的试样置于量筒中,放入密度计和温度计,再将量筒放入 $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的恒温水浴锅中,当量筒内样品保持在 $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$,读出密度计的读数。

5 检验规则

5.1 出厂的产品应由生产企业的质量监督部门进行检验,产品按批检验,产品以灌装前,经同一混合设备,最后一次混合的液体所生成的匀质产品为一批。生产厂应保证每批出厂的产品符合本标准的要求。每批出厂的产品应附有质量证明书,内容包括:产品名称、生产企业名称、生产企业地址、批号或生产日期和本标准编号。

5.2 本标准要求中的全部指标项目为型式检验项目,其中外观、钴含量、pH 值、密度为出厂检验项目。正常情况下每个季度进行一次型式检验,有下列情况之一也应进行型式检验:

- a) 原辅材料来源发生变化,可能影响产品质量时;
- b) 停产三个月,恢复生产时;
- c) 国家质量监督机构提出进行型式检验的要求时。

5.3 检验用的样品,由质检部门专人随机采样,采样应符合 GB/T 6678—2003 中 7.6 的规定。取样总量不少于 1 000 mL。

5.4 将取得的样品充分混匀,分别装入两个清洁、干燥、带磨口塞的瓶中,密封。瓶上贴标签,注明生产企业名称、产品名称、批号、采样日期和采样者。一瓶用于检验,另一瓶作为保留样保存三个月。

5.5 检验结果按 GB/T 8170 中规定的修约值比较法判定是否符合本标准。若检验结果如有指标不符合本标准的要求,应重新自两倍量的包装单元中采样进行复验,复验结果即使有一项指标不符合本标准的要求,则整批产品为不合格。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 出厂产品的外包装上应有明显牢固的标志,内容包括:产品名称、生产企业名称、生产企业地址、批号或生产日期、净含量、本标准编号等。

6.2 产品采用高密度聚乙烯(HDPE)塑料桶包装,每桶净重 30 kg、300 kg,或按用户要求包装。

6.3 产品运输时包装要密闭,运输过程中,防止受热和雨淋。

6.4 产品应贮存在阴凉、通风、干燥处。贮存期为 12 个月。

7 安全

7.1 本标准规定的氨基磺酸钴为氨基磺酸钴的水溶液,暗红色液体,浓稠,可与水以任意比例混合,其性质稳定,遇火不燃烧,偏酸性,其主要危害为钴的重金属污染。

7.2 如不慎误食,请立即诱导呕吐,或喝肥皂水或者浓盐水,直到呕吐干净为止,并看医生确诊(当误食者出现抽搐或意识不清状况时,请勿诱导呕吐或给其喝任何东西)。如不慎入眼,请立即用大量清水冲洗眼睛至少 15 min,并看医生确诊。如若不慎接触皮肤,请用大量清水冲洗。

7.3 请勿将流出的液体冲入下水道。如溢出,请用苏打或石灰覆盖污染区域,它将形成一层浓稠的碱性浆液,并将浆液盛入钢制或聚乙烯容器内,按照对重金属残余物处理的相关规定,对其进行安全处理。