



COBALT
INSTITUTE

促进技术创新，推动社会发展

氢氧化钴的采样、称重和分析 程序

指南

国际钴业协会(Cobalt Institute-CI)是代表全球钴产业和价值链的国际行业协会。成员来自钴开采冶炼、钴产品生产加工、钴产品应用、回收和经销等各个工业行业和环节，共同参与和推动负责的、可持续发展的钴开采及其产品加工、应用和回收。

国际钴业协会以促进全球钴产业及其产业链的保护和共同发展为职责，以维护成员利益和保护钴市场可持续发展为己任。协会是政府、行业、机构、媒体以及关心钴及其产品的所有公众的知识与信息中心和行业、产业沟通桥梁。

加入协会，可以紧跟全球产业和市场政策、法规的制定与发展；遵守各国、各级机构的监管；促进自身产品和业务的合法与合规：



全球化学品管理 – 协会是钴工作场所和环境中的人类健康和环境科学的领导者 - CI 成员已经投资逾三千万欧元来确保符合全球化学品法规和市场准入规则；



负责任采购 – 协会及其成员在解决钴采购问题方面起到领导作用，已经出台负责任的钴业评估框架 (CIRAF) 来帮助各成员应对原材料采购挑战；



可持续性 – 协会搭建了钴原材料及其制品关键数据分析和数据库，协助中下游用户优化选择，同时为监管机构和政策制定人提供相关参考。最近，我们已经完成了首次钴行业生命周期评估 (LCA) 并发布了强调钴经济价值的社会经济分析 (SEA)；



政府和公众事务 – 协会被全球许多政府公认为钴业权威组织，在做出重大决策时，协会和成员的意见和利益将得到充分重视和考虑。

国际钴业协会拥有行业专业人员，具有丰富的知识库，积极与政府、监管机构、媒体、学术界和社会各利益相关方开展全方位合作，影响全球钴产业的政策和监管环境。

1. 简介

最佳做法指导原则*详述了从氢氧化钴产品中采集代表性样品进行化学分析（包括含钴 (Co) 量和含水量的测量（干燥过程中的质量损失））的方法。非均相体系的氢氧化钴产品（物理和化学方面），在运输和储存过程中容易分离，非常容易吸湿（非常容易吸收空气中的水分）。

此指导原则旨在推进称重和采样方法的标准，以便尽量减少采样误差、提高从批次产品采集的代表性样品的化学分析准确性和精确度，并为业内氢氧化钴生产商、使用者等（本文简称为“对手方”）提高质量和可靠性。

2. 适用范围

此指导原则适用于大包包装的半精炼氢氧化钴产品（IBC - 中型散装集装箱，又称为“大包”）。

3. 定义

- **批次：**待采样的材料数量 - 例如，几卡车/集装箱。
- **小批：**正在调查的材料的一小部分 - 例如，一卡车/集装箱。
- **包：**一小批或一批/ IBC 大包。
- **增量：**采样设备运行一次采集的材料数量。
- **代表性样品/样品：**同一批中反映相同性质的少量（小部分）材料，精度和误差均在可接受限制范围内。样品量可能大于或小于增量。
- **采样：**采集代表性样品的方法。

* 指南遵守自愿使用原则，加入国际钴业协会不代表必须遵循这些指导原则。对于使用这些指导原则称重和/或采样的任何氢氧化钴的适用性以及对其特定用途的适用性，ci 不承担任何担保。



- **采样枪**：用于从麻袋、包或塑料桶中采集增加的工具（如果这些货物为粉状或颗粒状），由不锈钢或聚丙烯 (PP) 制成的金属或塑料采样器。标准长度为 1 m。
- **恒重**：在相隔 4 小时的两次样品称重，计算额外质量损失低于最初样品质量的 0.1%。
- **校准**：按照经认证的重量、温度或参考材料比较并调整测量系统或程序的过程。此过程应按照国家标准严格执行且应进行记录。
- **误差**：测量、计算或规范结果与真实值的偏差度。
- **精度**：测量结果可重复、可靠且持续相同的程度。

4.程序

所采集样品的测得特性用于推断批次的性质。因此，样品的采集、处理和储存方法将确定其代表批次的准确度和精度。此指导原则旨在通过列出常见最佳做法方法来减少分析同一批次的多家对手方获得的数据的差异性，此方法可用于采样和分析，同时在采样、运输、水分测定和样品制备过程中保持样品的完整性和组分的稳定性（图 1）。



图 1.此指导原则介绍的样品采集和分析步骤的示意图。

4.1.采样

更多采样方案（包括从包中采集样品的位置、从各批采集的样品数量）均不在此指导原则的范围内。最佳做法就是所采集和分析的样品的数量应充分反映材料的多相性。

如果没有差异性数据，所提供货物的采样计划应假设钴（Co）和水分等分析物的差异很大。所采用的采样程序（包括待采集的样品数量、从包中采集样品的位置）应征得对手方的同意并由其重做。错误的采样方案将增加测量误差并可能降低对手方的测量精度。



4.1.1.批次的采样频率和采集的样品数量

无论是否合并多种增加材料以便形成组合包样品，组合小批样品和/或组合批次样品应征得对手方的同意。

包的采样频率和从包中采集的增加材料数量应征得对手方的同意。为了遵循最佳做法，应从采样包、小批或批次中采集三份样品：立刻分析两个样品，留下一个样品，以便在后续化学分析数据出现误差或争议时使用，该样品保持氢氧化钴材料的自然状态。如果在后续分析前再次分割采集的增加材料以形成样品，应在再次分割材料前使用合适方法均匀材料。

4.1.2.样品采集

应使用采集枪从包的整个横截面抽出增量质量的样品。倘若方法允许对包的整个剖面采样，可使用其他机械设备采集样品。由于材料具有危险性，最佳做法就是从包的正常开口收集整个垂直剖面的增加材料而不撕坏或损坏包的完整性。应小心操作，以便充分考虑包内材料的潜在分层。

4.2.样品称重

在采集到 0.1 g 样品时，应使用经认证和校正的商业用秤立刻称重。最佳做法就是将样品直接放入预先称重的合适容器（如 4.3）中称重。

4.3.样品储存

应在干净且气密性极好的容器中储存和运输样品，例如，空气极少的不透气的铝箔袋，以减少湿度的潜在变化。



4.4.干燥过程中的质量损失（水分测定）

4.4.1.样品处理

在不透气容器中混合储存的样品使损失的水分重新回到容器表面并立刻称重。将此重量与采集样品后立刻测得的样品重量相比较，以计算储存过程中损失的水分。最佳做法就是在测量干燥过程中的质量损失前不再分割样品，这样，可以分析包的整个剖面并减少样品处理次数。在只能分析所采集材料的子样品（分割样品）的水分时，应先使用合适方法混合均匀材料，然后，再分割材料并对得到的子样品称重。另外，也建议将比较两个相同样品的水分测定结果当作最佳做法。

4.4.2.干燥

干燥前应将样品放置在干净的不锈钢托盘上并均匀分布（至少 3 cm 厚）。应使用合适设备粉碎大块材料，然后，在经校准的商用烘箱中以 $105 \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ 将材料干燥至恒定净重（如第 3 节，定义）。经过 24 小时的初始干燥期或凭经验确定且双方同意的较长初始反应期后，应每隔 4 小时测量一次重量，直至总水分损失得到确认。所有测重均须使用热样品（从烘箱中取出后立刻称重）和经校准的商业用秤（精度至少为 0.1 g）进行。这会尽量减少冷却过程中周围空气冷凝导致的水分增加，干扰材料（干燥）重量的准确测量。建议在秤上配合使用隔热垫。

根据以下公式 (1) 计算干燥过程中的质量损失 (%)：

$$(1) \text{ 质量损失 (\%)} = ((t_{\text{开始}} \text{ 时重量} - t_{\text{结束}} \text{ 时重量}) / t_{\text{开始}} \text{ 时重量}) \times 100$$

其中， t = 时间

数据应保留两位小数。两个相同的水分样品的可接受差值 < 0.3%。



4.5. 样品粉碎

干燥的样品应经过研磨、筛选和充分混合，再次分割以形成钴（Co）分析的子样品。研磨后 > 95% 样品的粒径应小于 150 μm 。最佳做法就是使用试验样品（小样）/子样品凭经验确定达到此粒径所需的研磨时间。试验样品应与主样品分开并在分析后丢弃。

4.5.1. 储存样品以供化学质量分析

在称重后，将干燥的子样品收入密闭容器以供日后进行化学分析。

4.6. 钴（Co）分析

最佳方法就是使用普通样品测定水分和测量钴（Co）含量。分析钴（Co）含量的子样品的数量应征得对手方的同意。

4.6.1. 样品处理

为了校正样品粉碎、再分割（4.5 节）和子样品钴（Co）分析过程中水分增加，应在烘箱中以 105 \pm 5 C 重新干燥子样品 16 小时，以除去含水量的额外增加。干燥的子样品应立刻密封并放入合适的实验室干燥器中保存，准备用于化学分析。或者，可以在分析子样品中的钴（Co）含量时使用卤钨灯湿度分析仪确定子样品的含水量。

4.6.2. 样品的钴（Co）测量

应使用经校准仪器通过合适方法测定材料的子样品中的钴（Co）浓度：经典铁氰化钾电位“反”滴定法（融合锰校正）测定钴，通过波长色散 X 射线荧光 (WDXRF) 使用熔化的硼砂玻璃珠测定钴；在内部标准化的电感耦合等离子体光学发射光谱法 (ICPOES) 测定钴。最佳做法技术就是在称量试验样品的重量时应用吸湿湿度校正原理。



4.6.3. 数据处理

应以干燥重量为基础，报告材料的钴（Co）含量（和其他元素的含量，如果测得），该含量经过水分测定结果的校正。

5. 安全信息

此指导原则涉及可能具有危险性的材料和工艺。此指导原则的使用者负责在使用前评估和采取合适的安全措施。





**COBALT
INSTITUTE**

促进技术创新，推动社会发展



如有任何问题，请联系我们

电话 +44 1483 578877

传真 +44 1483 567042

电子邮件 ci@cobaltinstitute.org

www.cobaltinstitute.org