

前 言

本标准中优等品非等效采用俄罗斯标准 ГОСТ 2665:1986《工业硫酸镍技术条件》。本标准是对原国家标准 GB/T 6329—1986 的修订并转化为化工行业标准。

本标准与俄罗斯标准的差异有以下几点:

1 俄罗斯标准分 HC-0 和 HC-1 两类,HC-0 用于化学试剂的生产,HC-1 类用于蓄电池和电镀等。根据我国情况,本标准分 I 类和 II 类。I 类主要用于镀镍及其他工业,II 类主要用于蓄电池。适用范围与 ГОСТ 2665:1986 的 HC-1 类相当。

2 I 类指标项目比俄罗斯标准少设钙、镁指标,多设一项硝酸盐;II 类产品比俄罗斯标准多设铵沉淀物和氨含量两项。以上项目设置根据原国标和用户要求。

3 分析方法中镍含量测定 ГОСТ 2665:1986 用电沉积重量法,钴、铁、铜、铅、钙含量用原子发射光谱。根据国情本标准镍含量测定采用重量法,铁采用分光光度法,钴、铜、铅、钙采用原子吸收分光光度法。

本标准与原国标相比有如下改进:

1 I 类产品分三个等级、II 类产品分两个等级,比原国标各增加一个等级。

2 镍、钴、锌、铅的要求都有所提高。

3 分析方法中,钴、铜、铅、锌、钙、镁都由原国标的化学方法改为原子吸收分光光度法。

本标准中的附录 A 是提示的附录。

本标准从生效之日起 GB/T 6329—1986 废止。

本标准由中华人民共和国化学工业部技术监督司提出。

本标准由化学工业部天津化工研究院归口。

本标准起草单位:化学工业部天津化工研究院、河南省新乡化工一厂、中化河北集团雄县化工总厂、江西锂厂。

本标准主要起草人:廖晓军、曾宪勤、杨贺文、刘幽若、范国强。

本标准委托化学工业部无机盐产品标准化技术归口单位负责解释。

中华人民共和国化工行业标准

工业硫酸镍

HG/T 2824—1997

Nickel sulphate for industrial use

1 范围

本标准规定了工业硫酸镍的要求、采样、试验方法、以及标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于工业硫酸镍。该产品主要用于镀镍、制造蓄电池及其他工业的原料。

分子式： $\text{NiSO}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ $x=6\sim7$

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 191—1990 包装储运图示标志

GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602—1988 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 608—1988 化学试剂 氮测定通用方法

GB/T 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 3049—1986 化工产品中铁含量测定的通用方法 邻菲罗啉分光光度法(neq ISO 6685:1982)

GB/T 6678—1986 化工产品采样总则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696:1987)

GB/T 8946—1988 塑料编织袋

GB/T 9723—1988 火焰原子吸收光谱法通则

3 分类

本产品分为两类:Ⅰ类主要用于镀镍及其他工业用;Ⅱ类主要用于蓄电池的生产。

4 要求

4.1 外观:翠绿色颗粒状结晶体。

4.2 工业硫酸镍应符合表1要求。

表 1 要求

%

项 目		指 标				
		I 类			II 类	
		优等品	一等品	合格品	优等品	一等品
镍(Ni)	$\geq$	21.5	21.0	20.5	21.0	20.8
钴(Co)	$\leq$	0.2	0.5	0.5	0.2	—
铁(Fe)	$\leq$	0.002	0.005	0.005	0.002	0.005
铜(Cu)	$\leq$	0.002	0.002	0.003	0.002	0.005
铅(Pb)	$\leq$	0.001	0.002	0.003	0.001	0.003
锌(Zn)	$\leq$	0.003	0.004	0.008	0.003	0.004
钙(Ca)	$\leq$	—	—	—	0.02	0.03
镁(Mg)	$\leq$	—	—	—	0.015	0.02
硝酸盐(以 NO_3 计)	$\leq$	0.01	0.01	0.02	—	—
水不溶物	$\leq$	0.03	0.04	0.05	0.02	0.03
铵沉淀物(以 Al 计, 不包括 Fe)	$\leq$	—	—	—	0.003	0.005
氨(NH_3)含量	$\leq$	—	—	—	0.03	0.05
氯化物(以 Cl 计)	$\leq$	0.1	—	—	0.1	—

5 采样

5.1 每批产品不超过 20 t。

5.2 按 GB/T 6678—1986 中 6.6 的规定确定采样单元数。采样时,将采样器自包装袋的上方斜插至料层深度 3/4 处采样。将采得的样品混匀后,按四分法缩分至不少于 500 g,分装于两个清洁干燥的具塞广口瓶中,密封。瓶上粘贴标签,注明:生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶作为实验室样品,另一瓶保存三个月备查。

5.3 试验结果如有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装中采样进行核验,核验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品为不合格。

6 试验方法

6.1 采用 GB/T 1250—1989 中 5.2 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

6.2 本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—1992 规定的三级水。

试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、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 规定制备。

6.3 镍含量的测定

6.3.1 方法提要

在氨性溶液中,以酒石酸作掩蔽剂,与铁、铝等杂质形成可溶性络合物以消除干扰,用二甲基乙二醛肟作沉淀剂,和镍生成红色的二甲基乙二醛肟镍沉淀,经过滤、洗涤、干燥至恒重,计算出镍含量。

6.3.2 试剂和材料

6.3.2.1 乙醇溶液:1+4;

6.3.2.2 盐酸溶液:1+1;

6.3.2.3 氨水溶液:1+1;

6.3.2.4 氯化铵溶液:200 g/L;

6.3.2.5 酒石酸溶液:200 g/L;

6.3.2.6 二甲基乙二醛肟乙醇溶液:10 g/L。

6.3.3 仪器、设备

玻璃砂坩埚:滤板孔径:5 μm~15 μm。

6.3.4 分析步骤

称取约 2 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于 250 mL 烧杯中。加 1 mL 盐酸溶液、50 mL 水,加热溶解,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用移液管移取 10 mL 试验溶液,置于 400 mL 烧杯中;加 150 mL 水、5 mL 氯化铵溶液、5 mL 酒石酸溶液,盖上表面皿,加热至沸。冷却至 70℃~80℃时,在不断搅拌下缓慢加入 30 mL 二甲基乙二醛肟乙醇溶液,滴加氨水溶液调节溶液 pH 值为 8~9(用精密 pH 试纸检验),再过量 1 mL~2 mL。在 70℃~80℃保温 30 min,用已于 105℃~110℃干燥至恒重的玻璃砂坩埚过滤,用乙醇溶液洗涤 4~5 次,于 105℃~110℃干燥至恒重。

6.3.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的镍含量(Ni) X_1 按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_0) \times 0.2031}{m \times \frac{10}{100}} \times 100$$

$$= \frac{(m_1 - m_0) \times 203.1}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中: m_1 ——沉淀和玻璃砂坩埚的质量, g;

m_0 ——玻璃砂坩埚的质量, g;

0.2031——二甲基乙二醛肟镍换算成镍的系数;

m ——试料的质量, g。

6.3.6 允许差

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 0.1%。

6.4 钴含量的测定

6.4.1 标准加入法(仲裁法)

6.4.1.1 方法提要

用水溶解试料,在原子吸收分光光度计上,采用标准加入法,在波长 240.7 nm 下,以空气-乙炔火焰测定。

6.4.1.2 试剂和材料

6.4.1.2.1 盐酸溶液:1+1;

6.4.1.2.2 钴标准溶液:1 mL 溶液含有 0.1 mg Co。

6.4.1.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计配有钴空心阴极灯。

6.4.1.4 分析步骤

6.4.1.4.1 试验溶液 A 的配制

称取 50 g 试样(精确至 0.01 g),置于 400 mL 烧杯中,加水溶解后,加 5 mL 盐酸溶液,转移至 500 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。此溶液为试验溶液 A。保留该溶液用于钴含量、铜含量、铅含量、镁含量、钙含量的测定。

6.4.1.4.2 测定

分别移取 0.20 mL 试验溶液 A(6.4.1.4.1)置于四个清洁的 100 mL 容量瓶中,分别加入 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL 钴标准溶液和 2 mL 盐酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。在原子吸收分光

光度计上,用空气-乙炔火焰,在波长 240.7 nm 下,测量上述溶液的吸光度。

以加入钴标准溶液中钴的质量为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制曲线,将曲线反向延长与横坐标相交,交点即为所测溶液中钴元素的质量。

6.4.1.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的钴(Co)含量 X_2 按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times \frac{0.2}{500}} \times 100$$

$$= \frac{m_1 \times 250}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中: m_1 ——按外推法得出的钴质量,mg;

m ——6.4.1.4.1 中所称量试料的质量,g。

6.4.1.6 允许差

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 0.01%。

6.4.2 工作曲线法

按 GB/T 9723—1988 规定的工作曲线法测定。

6.5 铁含量的测定

6.5.1 方法提要

在约 6 N 盐酸浓度下,用 4-甲基戊酮-(2)萃取试验溶液中的铁,用水反萃取后,得到含铁的溶液,用抗坏血酸将试液中的三价铁离子还原为二价铁离子,在 pH2~9 时,二价铁离子与邻菲罗啉生成橙红色络合物,在最大吸收波长(510 nm)下,用分光光度计测量其吸光度。

6.5.2 试剂和材料

按 GB/T 3049—1986 第 3 章和:

6.5.2.1 盐酸;

6.5.2.2 4-甲基戊酮-(2);

6.5.2.3 过氧化氢溶液:30%。

6.5.3 仪器、设备

按 GB/T 3049—1986 第 4 章。

6.5.4 分析步骤

6.5.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—1986 中 5.3 规定,使用 3 cm 吸收池及相应的铁标准溶液,绘制工作曲线。

6.5.4.2 试验溶液的制备

称取约 10 g 试样(精确至 0.01 g),置于 250 mL 烧杯中,加 50 mL 水、1 mL~2 mL 1+1 盐酸溶液、1 mL 过氧化氢溶液,加热溶解,冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.5.4.3 空白试验溶液的制备

除不加试样外,其他加入的试剂量与试验溶液的制备完全相同,并与试样同时同样处理。

6.5.4.4 测定

用移液管分别移取适量试验溶液(优等品:20 mL,一等品:10 mL,合格品:5 mL)和相应体积的空白试验溶液,分别置于 125 mL 分液漏斗中,加 30 mL 水、40 mL 浓盐酸、10 mL 4-甲基戊酮-(2),振摇 1 min,静置分层后弃去水相。往分液漏斗中加 20 mL 水,振摇 1 min,静置分层。水相移入 100 mL 容量瓶中,往分液漏斗中再加 5 mL 水,振摇 30 s,静置分层。水相移入同一容量瓶中,加水至约 60 mL,用盐酸溶液或氨水调节溶液 pH 为 2(用精密 pH 试纸检验)。分别加 2.5 mL 抗坏血酸溶液、10 mL 缓冲溶液、5 mL 邻菲罗啉溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

选用 3 cm 吸收池,按 GB/T 3049—1986 中 5.4 规定测量吸光度,根据工作曲线查出试验溶液和空

白试验溶液中铁的质量。

6.5.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的铁(Fe)含量 X_3 按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{m_1 - m_2}{m \times \frac{V}{100}} \times 100$$

$$= \frac{m_1 - m_2}{mV} \times 10^4 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中: m_1 ——试验溶液中铁的质量, g;

m_2 ——空白试验溶液中铁的质量, g;

V ——所取试验溶液的体积, mL;

m ——试料的质量, g。

6.5.6 允许差

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 0.000 4%。

6.6 铜含量的测定

6.6.1 标准加入法(仲裁法)

6.6.1.1 方法提要

用水溶解试料,在原子吸收分光光度计上,在波长 324.8 nm 下,以空气-乙炔火焰测定。

6.6.1.2 试剂和材料

6.6.1.2.1 盐酸溶液:1+1;

6.6.1.2.2 铜标准溶液:1 mL 溶液含有 0.1 mg Cu。

6.6.1.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计配有铜空心阴极灯。

6.6.1.4 分析步骤

分别移取 10 mL 试验溶液 A(6.4.1.4.1),置于四个清洁的 100 mL 容量瓶中,分别加入 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL 铜标准溶液,各加 2 mL 盐酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。在原子吸收分光光度计上,用空气-乙炔火焰,在波长 324.8 nm 下,测量上述溶液的吸光度。

以加入标准溶液中铜的质量为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制曲线,将曲线反向延长与横坐标相交,交点即为待测铜元素的质量。

6.6.1.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的铜(Cu)含量 X_4 按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times \frac{10}{500}} \times 100$$

$$= \frac{m_1 \times 5}{m} \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中: m_1 ——按外推法得出的铜质量, mg;

m ——6.4.1.4.1 中所称量试料的质量, g。

6.6.1.6 允许差

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 0.000 4%。

6.6.2 工作曲线法

按 GB/T 9723—1988 规定的工作曲线法测定。

6.7 铅含量的测定

6.7.1 方法提要

用水溶解试料,在氯化铵存在条件下用氨水将铅与镧盐共沉淀的方法分离富集铅,用稀盐酸溶解沉淀,然后在原子吸收分光光度计上,在 283.3 nm 下,以空气-乙炔火焰测定。

6.7.2 试剂和材料

6.7.2.1 氨水;

6.7.2.2 氨水溶液:1+6;

6.7.2.3 盐酸溶液:1+15;

6.7.2.4 氯化镧溶液:25 g/L;称取 25 g 氯化镧($\text{LaCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$),加水溶解,加入 10 mL 盐酸,用水稀释至 1 000 mL。

6.7.2.5 氯化铵溶液:200 g/L;

6.7.2.6 铅标准溶液:1 mL 溶液含有 0.1 mg Pb。

6.7.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计:配有铅空心阴极灯。

6.7.4 分析步骤

6.7.4.1 工作曲线的绘制

取 6 个清洁的 100 mL 容量瓶,分别移取 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铅标准溶液,分别加入 25 mL 盐酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。在原子吸收分光光度计上,用空气-乙炔火焰,在波长 283.3 nm 下,测量上述溶液的吸光度。

以加入标准溶液中铅的质量为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6.7.4.2 试样分析

称取 5 g 试样(精确至 0.01 g),置于 100 mL 烧杯中,用 40 mL 热水溶解,加 2 mL 氯化镧溶液、10 mL 氯化铵溶液,冷却至室温,边摇动边滴加氨水溶液(6.7.2.2)到出现白色沉淀并过量 2 mL,放置 20 min,用中速定性滤纸过滤,用氨水溶液(6.7.2.2)洗涤沉淀及滤纸 3~5 次,滴加 15 mL~20 mL 盐酸溶液,溶解沉淀于 25 mL 比色管中,用盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。同时做空白试验。

在原子吸收分光光度计上,与工作曲线同样的条件测出吸光度,在工作曲线上查出相应的铅质量。

6.7.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的铅(Pb)含量 X_5 按式(5)计算:

$$X_5 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100$$

$$= \frac{m_1 - m_0}{m \times 10} \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中: m_1 ——工作曲线上查得试料的铅质量,mg;

m_0 ——工作曲线上查得空白试验的铅质量,mg;

m ——试料的质量,g。

6.7.6 允许差

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 0.000 4%。

6.8 锌含量的测定

6.8.1 标准加入法(仲裁法)

6.8.1.1 方法提要

用水溶解试料,在原子吸收分光光度计上,在波长 213.9 nm 下,以空气-乙炔火焰测定。

6.8.1.2 试剂和材料

锌标准溶液:1 mL 溶液含有 0.1 mg Zn。

6.8.1.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计:配有锌空心阴极灯。

6.8.1.4 分析步骤

分别移取 5.0 mL(合格品移取 2.0 mL)试验溶液 A(6.4.1.4.1),置于四个清洁的 100 mL 容量瓶中,分别加入 0 mL、0.10 mL、0.20 mL、0.40 mL 锌标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀。在原子吸收分光光度计上,用空气-乙炔火焰,在波长 213.9 nm 下,测量上述溶液的吸光度。

以加入标准溶液中锌的质量为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制曲线,将曲线反向延长与横坐标相交,交点即为待测锌元素的质量。

6.8.1.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的锌(Zn)含量 X_s 按式(6)计算:

$$X_s = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times \frac{V}{500}} \times 100$$

$$= \frac{m_1 \times 50}{mV} \dots\dots\dots (6)$$

式中: m_1 ——按外推法得出的锌质量,mg;

m ——6.4.1.4.1 中所称量试料的质量,g;

V ——移取试验溶液 A(6.4.1.4.1)的体积,mL。

6.8.1.6 允许差

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 0.000 5%。

6.8.2 工作曲线法

按 GB/T 9723—1988 规定的工作曲线法测定。

6.9 钙含量的测定

6.9.1 方法提要

用水溶解试料,加入镧盐消除基体影响,在原子吸收分光光度计上,在波长 422.7 nm 下,以空气-乙炔火焰测定。

6.9.2 试剂和材料

6.9.2.1 硫酸镍基体溶液:称取 4.4 g 0 号金属镍,加 30 mL(1+1)硝酸,加热溶解后,加入 4.8 mL 浓硫酸,缓慢蒸至近干,加适量水溶解并转移到 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度。

6.9.2.2 盐酸溶液:1+1;

6.9.2.3 氯化镧溶液:1 mL 含有约 10 mg La;称取 2.5 g 氯化镧($\text{LaCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$),溶于水中,稀释至 100 mL。

6.9.2.4 钙标准溶液:1 mL 溶液含有 0.1 mg Ca。

6.9.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计;配有钙空心阴极灯。

6.9.4 分析步骤

6.9.4.1 工作曲线的绘制

取 6 个清洁的 100 mL 容量瓶,分别移取 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 钙标准溶液,各加入 10 mL 硫酸镍基体溶液、2 mL 盐酸溶液、2 mL 氯化镧溶液,用水稀释至刻度,摇匀。在原子吸收分光光度计上,用空气-乙炔火焰,在波长 422.7 nm 下,测量上述溶液的吸光度。

以加入标准溶液中铅的质量为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6.9.4.2 测定

移取 20 mL 溶液 A(6.4.1.4.1),置于 100 mL 容量瓶中,加入 2 mL 盐酸溶液、2 mL 氯化镧溶液,用水稀释至刻度,摇匀。在原子吸收分光光度计上与工作曲线同样的条件测出吸光度,在工作曲线上查出相应的钙质量。

6.9.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的钙(Ca)含量 X_7 按式(7)计算:

$$X_7 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times \frac{20}{500}} \times 100$$

$$= \frac{25(m_1 - m_0)}{m} \dots\dots\dots (7)$$

式中: m_1 ——由工作曲线上查得的试料的钙质量, mg;

m_0 ——由工作曲线上查得的空白试验的钙质量, mg;

m ——6.4.1.4.1中所称量试料的质量, g。

6.9.6 允许差

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%。

6.10 镁含量的测定

6.10.1 标准加入法(仲裁法)

6.10.1.1 方法提要

用水溶解试料,在原子吸收分光光度计上,在波长 285.2 nm 下,以空气-乙炔火焰测定。

6.10.1.2 试剂和材料

镁标准溶液:1 mL 溶液含有 0.1 mg Mg。

6.10.1.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计:配有镁空心阴极灯。

6.10.1.4 分析步骤

分别移取 1.0 mL 试验溶液 A(6.4.1.4.1),置于四个清洁的 100 mL 容量瓶中,分别加入 0 mL、0.10 mL、0.20 mL、0.40 mL 镁标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀。在原子吸收分光光度计上,用空气-乙炔火焰,在波长 285.2 nm 下,测量上述溶液的吸光度。

以加入标准溶液中镁的质量为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制曲线,将曲线反向延长与横坐标相交,交点即为待测镁元素的质量。

6.10.1.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的镁(Mg)含量 X_8 按式(8)计算:

$$X_8 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times \frac{1}{500}} \times 100$$

$$= \frac{50m_1}{m} \dots\dots\dots (8)$$

式中: m_1 ——按外推法得出的镁质量, mg;

m ——6.4.1.4.1中所称量试料的质量, g。

6.10.1.6 允许差

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%。

6.10.2 工作曲线法

按 GB/T 9723—1988 规定的工作曲线法测定。

6.11 硝酸盐含量的测定

6.11.1 方法提要

在 75%硫酸溶液中,于 35℃下,硝酸根离子与 2,4-二甲苯酚反应生成硝基衍生物,蒸馏并用氢氧化钠溶液吸收,在 455 nm 波长下,用分光光度计测其吸光度。

6.11.2 试剂和材料

6.11.2.1 乙酸汞;

6.11.2.2 不含氮氧化物的硫酸:

量取 80 mL 浓硫酸,慢慢加入到 20 mL 水中,加热至冒浓白烟,至硫酸体积约为 80 mL;冷却,再用 20 mL 水重复一次操作,冷却后贮存于带盖玻璃瓶中,防止吸水。

6.11.2.3 氢氧化钠溶液:80 g/L:

6.11.2.4 硝酸盐标准溶液:1 mL 溶液含有 0.01 mg NO_3^- :

用移液管移取 10 mL 按 GB/T 602 配制的硝酸盐标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液临用前制备。

6.11.2.5 2,4-二甲苯酚乙酸溶液:1%。

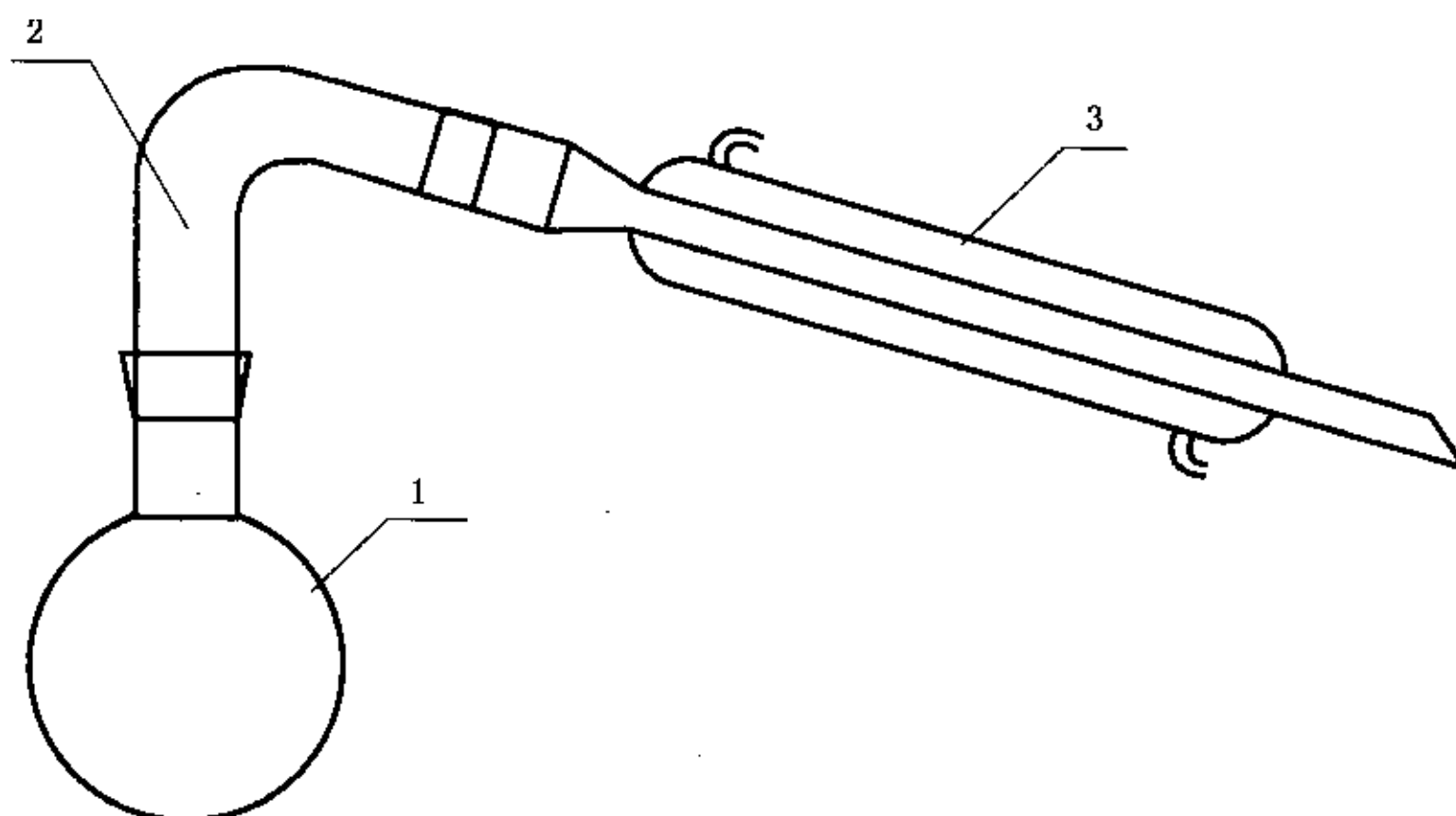
取 1 mL 2,4-二甲苯酚,用冰乙酸稀释至 100 mL。此溶液只限当天使用。

6.11.3 仪器、设备

6.11.3.1 分光光度计:带有 3 cm 吸收池;

6.11.3.2 恒温水浴:可控制在 $35^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$;

6.11.3.3 蒸馏装置:如图 1。



1 250 mL 磨口蒸馏瓶;2—75°磨口蒸馏弯管;3—水冷式冷凝管(有效长度 450 mm)

图 1 蒸馏装置

6.11.4 分析步骤

6.11.4.1 工作曲线的绘制

在一组置于冰水浴中的蒸馏瓶中,加入 0 mL、5.0 mL、10.0 mL、15.0 mL、20.0 mL、25.0 mL、30.0 mL 硝酸盐标准溶液。分别加入 0.20 g 乙酸汞,摇匀并在冰水浴中放置数分钟。于摇动下慢慢滴加 20 mL 不含氮氧化物的硫酸,操作过程中,试验溶液的温度应保持在 35°C 以下(用温度计测量)。取出蒸馏瓶,加 1 mL 2,4-二甲苯酚溶液,摇匀。将蒸馏瓶置于温度为 $35^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ 的恒温水浴中,保持 30 min,加适量水,体积约为 120 mL,摇匀。

按图 1 装好蒸馏装置,慢慢加热至沸,馏出液收集于盛有 10 mL 氢氧化钠溶液的 100 mL 容量瓶中,收集 70 mL~80 mL,用水稀释至刻度,摇匀。

使用分光光度计,在 455 nm 波长下,用 3 cm 吸收池,以水为参比测量其吸光度。

以硝酸根含量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6.11.4.2 试验溶液的制备

称取约 1 g 试样(精确至 0.02 g),置于蒸馏瓶中,加 10 mL 水溶解。

6.11.4.3 空白试验溶液的制备

除不加试样外,其他加入的试剂量与试验溶液的制备完全相同,并与试样同时进行同样处理。

6.11.4.4 测定

把盛有试验溶液和空白试验溶液的蒸馏瓶置于冰水浴中,以下按 6.11.4.1 从“分别加入 0.20 g 乙

酸汞,……”开始,到“……,测量其吸光度。”为止,进行操作。

根据工作曲线查出试验溶液和空白试验溶液中硝酸根的质量。

6.11.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的硝酸盐(NO_3)含量 X_9 按式(9)计算:

$$X_9 = \frac{m_1 - m_2}{m \times 1000} \times 100$$

$$= \frac{m_1 - m_2}{m \times 10} \quad \dots\dots\dots(9)$$

式中: m_1 ——试验溶液中硝酸根的质量, g;

m_2 ——空白试验溶液中硝酸根的质量, g;

m ——试料的质量, g。

6.11.6 允许差

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 0.005%。

6.12 水不溶物含量的测定

6.12.1 试剂和材料

氯化钡溶液: 100 g/L。

6.12.2 仪器、设备

玻璃砂坩埚: 滤板孔径 $5\ \mu\text{m} \sim 15\ \mu\text{m}$ 。

6.12.3 分析步骤

称取约 25 g 试样(精确至 0.01 g), 置于 400 mL 烧杯中, 加入 100 mL 水溶解。用已于 $105^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$ 干燥至恒重的玻璃砂坩埚过滤, 用热水洗涤至无硫酸根为止(用氯化钡溶液检查), 于 $105^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$ 干燥至恒重。保留滤液和洗液作为溶液 B, 供测定铵沉淀物含量用。

6.12.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的水不溶物 X_{10} 按式(10)计算:

$$X_{10} = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(10)$$

式中: m_1 ——玻璃砂坩埚和水不溶物的质量, g;

m_2 ——玻璃砂坩埚的质量, g;

m ——试料的质量, g。

6.12.5 允许差

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 0.005%。

6.13 铵沉淀物的测定

6.13.1 方法提要

在热氯化铵-氨水介质中, 试验溶液中的铝、锡、铬、钒等以氢氧化物形式沉淀, 过滤后在 800°C 灼烧。

6.13.2 试剂和材料

6.13.2.1 氨水;

6.13.2.2 氯化铵溶液: 250 g/L;

6.13.2.3 盐酸溶液: 1+1;

6.13.2.4 氨水溶液: 7+3;

6.13.2.5 氨水溶液: 5+95;

6.13.2.6 硝酸铵溶液: 250 g/L;

6.13.2.7 二甲基乙二醛肟溶液: 10 g/L。

6.13.3 分析步骤

在测定水不溶物后的溶液 B(6.12.3)中,加 20 mL 氯化铵溶液和 50 mL 氨水(6.13.2.1),搅拌均匀,于 $50^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ 保温 1 h,用定性滤纸过滤,用氨水(6.13.2.4)洗涤 2~3 次,再用热水洗涤 3~4 次,收残渣用 5 mL~8 mL 盐酸溶液溶解,用热水洗涤漏斗和滤纸 3~4 次,滤液与洗液收集于一清洁烧杯中,用氨水(6.13.2.1)调节至弱碱性,静置 1 h,用定量滤纸过滤,用热氨水溶液(6.13.2.5)洗涤 4~5 次,用硝酸铵溶液洗至无镍离子(用二甲基二乙醛肟溶液检验)。将残渣和滤纸移入已在 800°C 灼烧至恒重的坩埚中灰化,并灼烧至恒重。

6.13.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的铵沉淀物(以 Al 计) X_{11} 按式(11)计算:

$$X_{11} = \frac{(m_1 - mX_3 \times 1.43) \times 0.53}{m} \times 100$$

$$= \frac{(m_1 - mX_3 \times 1.43) \times 53}{m} \dots\dots\dots(11)$$

式中: m_1 ——残渣的质量, g;

m ——6.12.3 中试料的质量, g;

X_3 ——6.5 中测得的铁的百分含量;

1.43——铁换算成三氧化二铁的系数;

0.53——三氧化二铝换算成铝的系数。

6.13.5 允许差

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 0.000 5%。

6.14 氮含量的测定

6.14.1 方法提要

在铵盐溶液中加入氢氧化钠,将氨蒸出,用硫酸吸收,氢氧化钠滴定过量的硫酸。

6.14.2 试剂和材料

6.14.2.1 氢氧化钠溶液:300 g/L;

6.14.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})$ 约 0.1 mol/L;

6.14.2.3 硫酸标准溶液: $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)$ 约 0.01 mol/L;

6.14.2.4 甲基红-溴甲酚绿指示液。

6.14.3 仪器、设备

GB/T 608 氮测定法(图 2 仪器)。

6.14.4 分析步骤

称取 10 g 试样(精确至 0.01 g),溶于 150 mL 水中,全部移入 500 mL 定氮瓶中,加 25 mL 氢氧化钠溶液,按图安装好蒸馏装置。加热蒸馏至瓶中残余约为 60 mL,馏出液用吸收液吸收。

吸收液配制:准确移取 30 mL 硫酸标准溶液,置于 250 mL 锥形瓶中,加 10 滴甲基红-溴甲酚绿指示液(在蒸馏过程中,如吸收液变黄,应重新取样蒸馏,并适当增加硫酸标准溶液的用量)。将所得的吸收液用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至试液由红色变为绿色。

6.14.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的氨(NH_3)含量 X_{12} 按式(12)计算:

$$X_{12} = \frac{(N_1 V_1 - N_2 V_2) \times 0.017}{m} \times 100 \dots\dots\dots(12)$$

式中: N_1 ——硫酸标准溶液的浓度, mol/L;

V_1 ——硫酸标准溶液的体积, mL;

N_2 ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V_2 ——滴定消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

0.017——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH})=1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的氨的质量；

m ——试料的质量, g。

6.14.5 允许差

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 0.005%。

6.15 氯化物含量的测定

6.15.1 试剂和材料

6.15.1.1 硝酸溶液:1+2;

6.15.1.2 硝酸银溶液:17 g/L;

6.15.1.3 不含氯的硫酸镍溶液:称取 0.50 g 硫酸镍溶解于 300 mL 水中,加入 20 mL 硝酸溶液和 10 mL 硝酸银溶液。经 16~18 小时后用经过热水洗涤过的过滤器过滤。此溶液每 33 mL 相当于 0.05 g 的硫酸镍称样量。

6.15.1.4 氯化物标准溶液:1 mL 含 0.01 mg Cl。用移液管移取 10 mL 按 GB/T 602 配制的氯化物标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液只限当日使用。

6.15.2 分析步骤

称取 $1.25 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样,溶于 100 mL 水中,溶液用事先以热水洗涤过的滤纸过滤于 500 mL 容量瓶中。水洗数遍,一并加水至刻度。移取 20 mL 于 50 mL 比色管中,加入 2 mL 硝酸溶液和 1 mL 硝酸银溶液,稀释至刻度。

标准比浊溶液为向 50 mL 比色管中加入 33 mL 不含氯的硫酸镍溶液、5 mL 氯化物标准溶液,稀释至刻度。

20 min 后试验溶液浊度不得大于标准比浊溶液的浊度。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 工业硫酸镍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、商标、等级、净重、批号或生产日期、本标准编号及 GB 191—1990 中规定的标志 7“怕湿”标志。

7.2 每批出厂的工业硫酸镍都应附有质量证明书。内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、等级、净重、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

7.3 工业硫酸镍采用编织袋包装,内包装为两层聚乙烯(或性能相当的)塑料薄膜袋,厚度不小于 0.05 mm;外包装采用塑料编织袋,其性能和检验方法应符合 GB 8946 相应型号的规定。每袋净重 25 kg、40 kg、50 kg。

7.4 工业硫酸镍包装,内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳两层分别扎紧,或用与其相当的其他方式封口,外袋在距袋边不小于 30 mm 处折边,在距袋边不小于 15 mm 处用维尼龙线或其他质量相当的线缝口。针距不大于 10 mm,缝线整齐,针距均匀。无漏缝和跳线现象。

7.5 工业硫酸镍应贮存在阴凉、通风、干燥处。

7.6 运输过程中,防止受热、受潮和雨淋。

附 录 A
(提示的附录)
仪器工作条件

使用下列型号原子吸收分光光度计测量各元素的参考工作条件如下表：

仪器型号	测定元素	波长 nm	灯电流 mA	单色器通带 nm	燃烧器高 mm	空气流量：乙炔流量
WFX-1D	Co	240.7	2	0.1	7	5.8 : 0.9
PE3030	Cu	324.8	8	0.7	8	36 : 20
WFX-1D	Zn	213.9	2	0.1	7	5.8 : 0.9
WFX-1D	Pb	283.3	10	0.7	7~8	5 : 1.3
P-E3030	Mg	285.3	4	0.7	8	6 : 1
GGX-1	Ca	422.7	6	0.5	10	10 : 2.3