



中华人民共和国国家标准

GB/T 26521—2011

工业碳酸镍

Nickel carbonate for industrial use

2011-05-12 发布

2011-12-01 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无机化工分会(SAC/TC 63/SC 1)归口。

本标准起草单位：金川集团有限公司、中海油天津化工研究设计院、吉林吉恩镍业股份有限公司。

本标准主要起草人：兰华龙、王军、刘幽若、王莹、国兴彬。

工业碳酸镍

1 范围

本标准规定了工业碳酸镍的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。
本标准适用于主要用于电镀、陶瓷及催化剂等的工业碳酸镍。

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 191—2008 包装储运图示标志
- GB/T 3049—2006 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲罗啉分光光度法
- 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 化学分析用标准滴定溶液的制备
- HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用杂质标准溶液的制备
- HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用制剂及制品的制备

3 分子式和相对分子质量

分子式： $\text{NiCO}_3 \cdot 2\text{Ni}(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$
相对分子质量：376.1(2007 年国际相对原子质量)

4 要求

- 4.1 外观：淡绿色粉末。
- 4.2 工业碳酸镍应符合表 1 的要求。

表 1

项 目	指 标
镍(Ni),w%	≥45.0
钴(Co),w%	≤0.1
铜(Cu),w%	≤0.02
铁(Fe),w%	≤0.01
钠(Na),w%	≤0.1
锌(Zn),w%	≤0.005

表 1 (续)

项 目	指 标
钙(Ca),w%	≤ 0.1
镁(Mg),w%	≤ 0.1
盐酸不溶物,w%	≤ 0.05

5 试验方法

5.1 安全提示

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

5.2 一般规定

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—2008 中规定的三级水。标准中所有原子吸收法所用的试剂和水均指优级纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的二级水。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 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 之规定制备。

5.3 外观检验

在自然光下,用目视法判定外观。

5.4 镍含量的测定

5.4.1 重量法(仲裁法)

5.4.1.1 方法提要

在氨性溶液中,加入酒石酸与铁、铝等杂质形成可溶性络合物以消除干扰,以二甲基乙二醛肟和镍生成红色的二甲基乙二醛肟镍沉淀,过滤、洗涤、干燥称量,计算出镍含量。

5.4.1.2 试剂

- 5.4.1.2.1 乙醇溶液:1+4。
- 5.4.1.2.2 盐酸溶液:1+1。
- 5.4.1.2.3 氨水溶液:1+1。
- 5.4.1.2.4 氯化铵溶液:200 g/L。
- 5.4.1.2.5 酒石酸溶液:200 g/L。
- 5.4.1.2.6 二甲基乙二醛肟乙醇溶液:10 g/L。

5.4.1.3 仪器

玻璃砂坩埚:5 μm~15 μm。

5.4.1.4 分析步骤

称取约 2 g 试样,精确到 0.000 2 g,置于 250 mL 烧杯中,加入 1 mL 盐酸溶液、50 mL 水加热至试

样溶解,冷却至室温,完全转移至 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,加入 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 二甲基乙二醛肟溶液,滴加氨水溶液调节溶液 pH 为 8~9(用精密 pH 试纸检验),再过量 1 mL~2 mL。在 70 ℃~80 ℃下保温 30 min,用已于 105 ℃~110 ℃干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚过滤,用乙醇溶液洗涤 4 次~5 次,于 105 ℃~110 ℃干燥至质量恒定。

5.4.1.5 结果计算

镍含量以镍(Ni)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_0) \times 0.2031}{m \times \frac{10}{100}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——沉淀和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);

0.2031——二甲基乙二醛肟镍换算为镍的系数;

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%。

5.4.2 络合滴定法

5.4.2.1 方法提要

试料用酸分解,用酒石酸钾钠、氯化铵、硫代硫酸钠掩蔽铜、铁、钙、镁等杂质,在 pH 值为 8~9 的碱性溶液中,以紫脲酸铵为指示剂,用 EDTA 标准滴定溶液滴定至溶液呈紫红色为终点。

5.4.2.2 试剂

5.4.2.2.1 氯化铵。

5.4.2.2.2 盐酸溶液:1+1。

5.4.2.2.3 氨水溶液:1+1。

5.4.2.2.4 硝酸溶液:1+1。

5.4.2.2.5 酒石酸钾钠溶液:150 g/L。

5.4.2.2.6 硫代硫酸钠溶液:200 g/L。

5.4.2.2.7 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液: $c(\text{EDTA}) \approx 0.02 \text{ mol/L}$ 。

5.4.2.2.8 紫脲酸铵指示剂:1 g 紫脲酸铵与 105 ℃~110 ℃干燥 2 h 的 100 g 氯化钠在研钵中混匀研细。

5.4.2.3 分析步骤

5.4.2.3.1 试验溶液的制备

称取约 1 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 烧杯中,加入 50 mL 水、20 mL 盐酸溶液,加热溶解,冷却至室温后完全转移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.4.2.3.2 测定

移取 25 mL 试验溶液置于 500 mL 锥形瓶中,加入 1 g~2 g 氯化铵、10 mL 酒石酸钾钠溶液、

15 mL 硫代硫酸钠溶液、0.1 g 紫脲酸铵指示剂,摇匀后滴加氨水溶液至溶液呈黄色,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至溶液颜色变成橙黄色,再滴加氨水溶液至溶液变黄,继续用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定,溶液颜色变深后,再滴加氨水溶液至溶液呈黄色,再用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定,如此反复,直至溶液呈紫红色即为终点。

5.4.2.4 结果计算

镍含量以镍(Ni)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{c \times V \times 10^{-3} \times M}{m \times \frac{25}{250}} \times 100 - 0.996w_3 \quad \dots\dots\dots (2)$$

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 ——试料质量的数值,单位为克(g);
- M ——镍(Ni)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=58.69$);
- w_3 ——按 5.5 测得的钴的质量分数,数值以%表示;
- 0.996 ——钴的质量换算为镍的质量的系数。

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%。

5.5 钴含量的测定

5.5.1 分光光度法(仲裁法)

5.5.1.1 方法提要

在乙酸钠的热溶液中,1-亚硝基-2-萘酚-3,6-二磺酸钠与钴生成稳定络合物,在 550 nm 波长下,用分光光度计测量其吸光度。

5.5.1.2 试剂

- 5.5.1.2.1 乙酸钠溶液:300 g/L。
- 5.5.1.2.2 硝酸溶液:1+1。
- 5.5.1.2.3 盐酸溶液:1+1。
- 5.5.1.2.4 钴标准溶液:1 mL 溶液含钴(Co)0.01 mg。

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的钴标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

- 5.5.1.2.5 1-亚硝基-2-萘酚-3,6-二磺酸钠(亚硝基 R 盐)溶液:5 g/L。

5.5.1.3 仪器设备

分光光度计:带 1 cm 的吸收池。

5.5.1.4 分析步骤

5.5.1.4.1 工作曲线的绘制

准确移取 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 钴标准溶液,分别置于 6 个 250 mL 烧杯中,移入 5 mL 试样溶液,加水至 40 mL。加入 10 mL 乙酸钠溶液,加热至沸后,加 10 mL

1-亚硝基-2-萘酚-3,6-二磺酸钠溶液,煮沸 2 min~3 min。加入 10 mL 硝酸溶液,再煮沸 2 min,冷却。移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。使用分光光度计,在 550 nm 波长下,用 1 cm 吸收池,以水作参比,测量其吸光度。以钴质量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5.5.1.4.2 试样溶液和空白试验溶液的制备

称取约 5 g 试样,精确至 0.01 g,置于 400 mL 烧杯中,加少量水湿润,加入 5 mL 盐酸溶液,加适量水溶解后,加热煮沸 2 min~3 min,冷却后转移至 500 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀此溶液为试样溶液 A,用于钴含量、铜含量、铁含量、钠含量、锌含量、钙含量、镁含量的测定。

同时制备空白试验溶液,除不加试样外,其他加入的试剂量和试验溶液的制备完全相同。

5.5.1.4.3 测定

用移液管移取 10 mL 试验溶液和相应量的空白试验溶液,在空白试验溶液中加入 5 mL 试样溶液。分别置于 250 mL 烧杯中。以下按 5.5.1.4.1 从“加水至 40 mL……”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的钴的质量。

5.5.1.5 结果计算

钴含量以钴(Co)的质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_2 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times \frac{5}{500}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得试样溶液中钴的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——从工作曲线上查得空白试验溶液中钴的数值,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,平行测定结果的绝对差值不大于 0.01%。

5.5.2 原子吸收光谱法

5.5.2.1 方法提要

在酸性条件下,用原子吸收分光光度计于 240.7 nm 波长处,用空气-乙炔火焰,采用标准加入法,测定溶液中的钴含量。

5.5.2.2 试剂

5.5.2.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.5.2.2.2 钴标准溶液:1 mL 溶液含钴(Co)0.10 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的钴标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液使用时现配。

5.5.2.3 仪器设备

原子吸收分光光度计;配有钴空心阴极灯。

5.5.2.4 分析步骤

于 4 个 100 mL 容量瓶中,按表 2 分别移取试验溶液和钴标准溶液,再分别加入 2 mL 盐酸溶液,稀

释至刻度,摇匀。用原子吸收分光光度计,以钴空心阴极灯为光源,于 240.7 nm 波长处,用空气-乙炔火焰,用水调零,测定工作曲线各溶液的吸光度,以各溶液中钴的质量浓度(mg/mL)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标绘制工作曲线,将曲线反向延长与横坐标相交,交点即为所测试验溶液中钴的质量浓度(mg/mL)。

表 2

容量瓶编号	1	2	3	4
试样溶液 A 体积/mL	10	10	10	10
钴标准溶液体积/mL	0	1	2	3
工作曲线溶液钴的质量浓度/(mg/mL)	0	1.00×10^{-3}	2.00×10^{-3}	3.00×10^{-3}

5.5.2.5 结果计算

钴含量以钴(Co)的质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_2 = \frac{\rho \times 100 \times 10^{-3}}{m \times \frac{10}{500}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

ρ ——从工作曲线上查得试验溶液中钴的质量浓度的数值,单位为毫克每毫升(mg/mL);

m ——5.5.1.4.2 中称取的试料质量的数值,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 0.02%。

5.6 铜含量的测定

5.6.1 方法提要

用水溶解试样,采用原子吸收分光光度法在 324.8 nm 波长下,以空气-乙炔火焰,采用标准加入法测定溶液中的铜含量。

5.6.2 试剂

5.6.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.6.2.2 铜标准溶液:1 mL 溶液含铜(Cu)0.1 mg。

配制:用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铜标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.6.2.3 乙炔:高纯。

5.6.3 仪器设备

原子吸收分光光度计:配有铜空心阴极灯。

5.6.4 分析步骤

于 5 个 100 mL 容量瓶中,按表 3 分别移取试验溶液 A(5.5.1.4.2)和铜标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀。用原子吸收分光光度计,以铜空心阴极灯为光源,于 324.8 nm 波长下以空气-乙炔火焰,测定各溶液的吸光度,以各工作曲线溶液中铜的质量浓度(mg/mL)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标绘制工作曲线,将曲线反项延长至与横坐标轴相交,该交点的坐标为测量溶液中铜的质量浓度。

表 3

容量瓶编号	1	2	3	4
试样溶液 A 体积/mL	20	20	20	20
铜标准溶液体积/mL	0	1.00	2.00	3.00
工作曲线溶液铜的质量浓度/(mg/mL)	0	1.00×10^{-3}	2.00×10^{-3}	3.00×10^{-3}

5.6.5 结果计算

铜含量以铜(Cu)的质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_3 = \frac{\rho \times 100 \times 10^{-3}}{m \times \frac{20}{500}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

ρ ——从工作曲线上查得测量溶液中铜的质量浓度的数值,单位为毫克每毫升(mg/mL);

m ——5.5.1.4.2中称取试料质量的数值,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0.000 2%。

5.7 铁含量的测定

5.7.1 邻菲罗啉分光光度法(仲裁法)

5.7.1.1 方法提要

同 GB/T 3049—2006 第 3 章。

5.7.1.2 试剂

同 GB/T 3049—2006 第 4 章。

5.7.1.3 仪器设备

同 GB/T 3049—2006 第 5 章。

5.7.1.4 分析步骤

5.7.1.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—2006 的 6.3 操作,选用 4 cm 或 5 cm 吸收池及对应的铁标准溶液用量,绘制工作曲线。

5.7.1.4.2 测定

用移液管移取 25 mL 试验溶液 A(5.5.1.4.2)和空白试验溶液,分别置于 125 mL 分液漏斗中,加 30 mL 水、40 mL 盐酸、10 mL 4-甲基-2-戊酮,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,用氨水溶液(1+8)调节试验溶液和空白试验溶液的 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 4 cm 或 5 cm 吸收池,按照 GB/T 3049—2006 的 6.4 操作。根据工作曲线查出试验溶液和空白试验溶液中铁的质量。

5.7.1.5 结果计算

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w_i 计,数值以%表示,按式(6)计算:

$$w_i = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times \frac{25}{500}} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——从工作曲线上查得的空白试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——5.5.1.4.2 中称取的试料质量的数值,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 0.000 2%。

5.7.2 原子吸收光谱法

5.7.2.1 方法提要

在酸性条件下,用原子吸收分光光度计于 248.3 nm 波长处,用空气-乙炔火焰,采用标准加入法,测定溶液中的铁含量。

5.7.2.2 试剂

铁标准溶液:1 mL 溶液含铁(Fe)0.1 mg。

配制:用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铁标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液使用时现配。

5.7.2.3 仪器设备

原子吸收分光光度计:配有铁空心阴极灯。

5.7.2.4 分析步骤

于 4 个 100 mL 容量瓶中,按表 4 分别移取试验溶液 A(5.5.1.4.2)和铁标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀。用原子吸收分光光度计,以铁空心阴极灯为光源,用空气-乙炔火焰,于波长 248.7 nm 下,用水调零,测量上述各溶液的吸光度,以各工作曲线溶液中铁的质量浓度(mg/mL)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标绘制工作曲线,将曲线反向延长至与横坐标轴相交,该交点的坐标为测量溶液中铁的质量浓度。

表 4

容量瓶编号	1	2	3	4
试样溶液 A(5.5.1.4.2)体积/mL	20	20	20	20
铁标准溶液体积/mL	0	0.5	1.0	2.0
工作曲线溶液铁的质量浓度/(mg/mL)	0	5.0×10^{-4}	1.0×10^{-3}	2.0×10^{-3}

5.7.2.5 结果计算

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w_i 计,数值以%表示,按式(7)计算:

$$w_4 = \frac{\rho \times 100 \times 10^{-3}}{m \times \frac{20}{500}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

ρ ——从工作曲线上查得测量溶液中铁的质量浓度的数值,单位为毫克每毫升(mg/mL);

m ——5.5.1.4.2中称取试料质量的数值,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0.005%。

5.8 钠含量的测定

5.8.1 方法提要

用酸溶解试料,在原子吸收分光光度计上,采用标准加入法,在波长589.0 nm下,以空气-乙炔火焰测定。

5.8.2 试剂和材料

钠标准溶液:1 mL溶液含钠(Na)0.01 mg。

用移液管移取1.0 mL按HG/T 3696.2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。此溶液使用时现配。

5.8.3 仪器设备

原子吸收分光光度计:配有钠空心阴极灯。

5.8.4 分析步骤

分别移取1 mL试验溶液A(5.5.1.4.2),置于四个100 mL容量瓶中,分别加入0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL钠标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀。在原子吸收分光光度计上,以钠空心阴极灯为光源,用空气-乙炔火焰,在589.0 nm波长下,测量上述溶液的吸光度。以钠标准溶液中钠的质量为横坐标,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钠元素的质量。

5.8.5 结果计算

钠含量以钠(Na)的质量分数 w_5 计,数值以%表示,按式(8)计算:

$$w_5 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{\frac{m}{500}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的试验溶液中钠的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——5.5.1.4.2中称取试料质量的数值,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0.05%。

5.9 锌含量的测定

5.9.1 方法提要

在酸性条件下,用原子吸收分光光度计于213.9 nm波长处,用空气-乙炔火焰,采用标准加入法,测定溶液中的锌含量。

5.9.2 试剂

5.9.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.9.2.2 锌标准储备溶液:1 mL 溶液含锌(Zn)0.1 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的锌标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.9.2.3 锌标准溶液:1 mL 溶液含锌(Zn)0.01 mg。

用移液管移取 10 mL 锌标准储备溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液使用时现配。

5.9.3 仪器设备

原子吸收分光光度计:配有锌空心阴极灯。

5.9.4 分析步骤

于 4 个 100 mL 容量瓶中,按表 5 分别移取试验溶液 A(5.5.1.4.2)和锌标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀。用原子吸收分光光度计,以锌空心阴极灯为光源,用空气-乙炔火焰,在 213.9 nm 波长下,用水调零,测量上述各溶液的吸光度,以各工作曲线溶液中锌的质量浓度(mg/mL)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标绘制工作曲线,将曲线延长至与横坐标轴相交,该交点的坐标为测量溶液中锌的质量浓度。

表 5

容量瓶编号	1	2	3	4
试样溶液体积/mL	20	20	20	20
锌标准溶液体积/mL	0	2.0	4.0	6.0
工作曲线溶液锌的质量浓度/(mg/mL)	0	2.0×10^{-4}	4.0×10^{-4}	6.0×10^{-4}

5.9.5 结果计算

锌含量以锌(Zn)的质量分数 w_Z 计,数值以%表示,按式(9)计算:

$$w_Z = \frac{\rho \times 100 \times 10^{-3}}{m \times \frac{20}{500}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中:

ρ ——从工作曲线上查得测量溶液中锌的质量浓度的数值,单位为毫克每毫升(mg/mL);

m ——5.5.1.4.2 中称取的试料质量的数值,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 0.000 3%。

5.10 钙含量的测定

5.10.1 方法提要

用甲酸溶解试料,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-乙炔火焰测定钙的含量。

5.10.2 试剂和材料

5.10.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.10.2.2 氯化镧溶液:1 mL 溶液含镧(La)10 mg。

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。

5.10.2.3 钙标准溶液:1 mL 溶液含钙(Ca)0.1 mg。

用移液管移取 10 mL 钙标准溶液按 HG/T 3696.2 配制置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液使用时现配。

5.10.3 仪器设备

原子吸收分光光度计:配有钙空心阴极灯。

5.10.4 分析步骤

在 4 个 100 mL 容量瓶中,用移液管分别加入 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 钙标准溶液,各加入 20 mL 试验溶液 A(5.5.1.4.2),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,以钙空心阴极灯为光源,用空气-乙炔火焰,在 422.7 nm 波长下,测量上述各溶液的吸光度。以钙的质量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标绘制工作曲线,将曲线延长至与横坐标轴相交,该交点的坐标为测量溶液中的钙质量。

5.10.5 结果计算

钙含量以钙(Ca)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(10)计算:

$$w_1 = \frac{m_1 \times \frac{10}{20}}{m \times \frac{20}{500}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (10)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的试验溶液中钙的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——5.5.1.4.2 中称取试料质量的数值,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 0.01%。

5.11 镁含量的测定

5.11.1 方法提要

用酸溶解试料,在原子吸收分光光度计上,采用标准加入法,在波长 285.2 nm 下,以空气-乙炔火焰测定镁的含量。

5.11.2 试剂和材料

镁标准溶液:1 mL 溶液含镁(Mg)0.01 mg。

配制:用移液管移取 1 mL 镁标准溶液按 HG/T 3696.2 配制置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液使用时现配。

5.11.3 仪器设备

原子吸收分光光度计:配有镁空心阴极灯。

5.11.4 分析步骤

分别移取 2 mL 试验溶液 A(5.5.1.4.2)置于 4 个 100 mL 容量瓶中,按表 6 分别加入镁标准溶液,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。以镁标准溶液中镁的质量浓度为横坐标,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镁元素的质量浓度。

表 6

容量瓶编号	1	2	3	4
试样溶液体积/mL	2	2	2	2
镁标准溶液体积/mL	0	1.00	2.00	4.00
工作曲线溶液镁的质量浓度/(mg/mL)	0	1×10^{-3}	2×10^{-3}	4×10^{-3}

5.11.5 结果计算

镁含量以镁 (Mg) 的质量分数 w_B 计,数值以 % 表示,按式(11)计算:

$$w_B = \frac{\rho \times 100 \times 10^{-3}}{m \times \frac{2}{500}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (11)$$

式中:

ρ ——从工作曲线上查得测量溶液中镁的质量浓度的数值,单位为毫克每毫升 (mg/mL);

m ——5.5.1.4.2 中称取试料质量的数值,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 0.01%。

5.12 盐酸不溶物含量的测定

5.12.1 方法提要

试样用盐酸溶液溶解,将不溶物抽滤于玻璃坩埚中并在 110 °C 烘干,称量。

5.12.2 试剂

5.12.2.1 盐酸溶液 (1+1)。

5.12.2.2 硝酸银溶液:17 g/L。

5.12.3 仪器设备

5.12.3.1 玻璃砂坩埚:滤板孔径 5 μm ~15 μm 。

5.12.3.2 电热恒温干燥箱:能控制温度在 105 °C $\pm$ 2 °C。

5.12.4 分析步骤

称取试样 2.0 g 精确至 0.000 1 g。于 250 mL 带冷凝器三角烧杯中,加入 50 mL 盐酸溶液 (1+1) 低温加热至沸,并保持微沸状态 2 h,加水稀释至 100 mL。用已恒重的玻璃砂坩埚抽滤,用热水洗不溶残渣至无氯离子 (用硝酸银溶液检验),将带残渣的坩埚于 105 °C~110 °C 烘箱内至质量恒定。

5.12.5 结果计算

盐酸不溶物含量以质量分数 w_B 计,数值以 % 表示,按式(12)计算:

$$w_B = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (12)$$

式中:

m_1 ——玻璃砂坩埚的质量的数值,单位为克 (g);

m_2 ——盐酸不溶物和玻璃砂坩埚的质量的数值,单位为克 (g);

m ——试料的质量的数值,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0.003%。

6 检验规则

6.1 本标准要求中规定的所有项目均为出厂检验项目,应逐批进行检验。

6.2 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工业碳酸镍为一批,每批产品不超过10 t。

6.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时将采样器自包装袋的上方垂直插入至料层深度的3/4处采样。每袋所取试样不少于50 g;将所采的样品混匀,用四分法缩分至约500 g,分装入两个干燥、清洁的广口瓶或塑料袋中,密封,粘贴标签,注明:生产厂名、产品名称、批号和采样日期、采样者姓名。一瓶(袋)用于检验,另一瓶(袋)保存备查,保存时间由生产厂根据实际情况确定。

6.4 检验结果如有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复验,复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。

6.5 采用 GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定检验结果是否符合标准。

7 标志、标签

7.1 工业碳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、净含量、批号或生产日期、本标准编号和 GB/T 191—2008 中规定的“怕雨”标志。

7.2 每批出厂的工业碳酸镍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、批号或生产日期和本标准编号。

8 包装、运输、贮存

8.1 工业碳酸镍采用双层包装。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。每袋净含量为25 kg。或根据用户要求协商确定包装容量和方式。

8.2 工业碳酸镍在运输过程中应有遮盖物,防止日晒、雨淋、受潮。

8.3 工业碳酸镍应贮存于干燥库房中,防止雨淋、受潮、日晒。

8.4 工业碳酸镍在符合本标准规定的包装、运输、贮存条件下,自生产之日起保质期不少于2年。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
工 业 碳 酸 镍
GB/T 26521—2011

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1.25 字数 27 千字
2011年7月第一版 2011年7月第一次印刷

*

书号: 155066·1-43238 定价 21.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 26521—2011