



中华人民共和国国家标准

GB/T 26522—2011

精制氯化镍

Refined nickel chloride

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。

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

本标准主要起草人:黄淑芳、魏宏广、国兴彬、王彦。

精制氯化镍

1 范围

本标准规定了精制氯化镍的要求、试验方法、检验规则及标志、标签、包装、运输、贮存。
本标准适用于主要作为电镀和干电池等行业的精制氯化镍。

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 化学分析用试剂及制品的制备

3 分子式和相对分子质量

分子式: $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
相对分子质量:237.69(按 2007 年国际相对原子质量)

4 要求

- 4.1 外观:绿色结晶或熔融状态。
- 4.2 精制氯化镍应符合表 1 要求。

表 1 要求

项 目	指 标	
	优等品	一等品
镍(Ni),w/%	≥ 24.0	23.8
钴(Co),w/%	≤ 0.001 0	0.005 0
锰(Mn),w/%	≤ 0.000 5	0.001 0
锌(Zn),w/%	≤ 0.000 5	0.001 0
铁(Fe),w/%	≤ 0.001 0	0.002 0

表 1 (续)

项 目	指 标	
	优等品	一等品
铜(Cu),w/%	≤ 0.000 5	0.001 0
铅(Pb),w/%	≤ 0.001 0	0.002 0
镉(Cd),w/%	≤ 0.000 5	0.001 0
砷(As),w/%	≤ 0.001 0	0.002 0
水不溶物,w/%	≤ 0.00 5	0.01
铬(Cr),w/%	≤ 0.000 5	0.001 0
汞(Hg),w/%	≤ 0.000 5	0.001 0
硫酸盐(以 SO ₄ 计),w/%	≤ 0.5	

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害性和腐蚀性,操作者应小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。

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 5.5、5.6、5.10 和 5.11 所用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别。

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,经过滤、洗涤、干燥称重,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 2 mL 盐酸溶液、50 mL 水使试样溶解,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 $^{\circ}\text{C}$ ~80 $^{\circ}\text{C}$ 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 为 8~9(用精密 pH 试纸检验),再过量 1 mL~2 mL。在 70 $^{\circ}\text{C}$ ~80 $^{\circ}\text{C}$ 下保温 30 min,用已于 105 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$ 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 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$ 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:

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

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 0.05%。

5.4.2 络合滴定法

5.4.2.1 方法提要

试料用酸溶解,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 为 8~9 的弱碱性溶液中,以紫脲酸铵为指示剂,用乙二胺四乙酸二钠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 酒石酸钾钠溶液:150 g/L。

5.4.2.2.5 硫代硫酸钠溶液:500 g/L。

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

5.4.2.2.7 紫脲酸铵指示剂:1 g 紫脲酸铵与 100 g 的氯化钠(已于 105 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$ 下干燥 2 h,并在干燥器中冷却)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、2 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 氟化铵、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:

$$w_1 = \frac{cVM/1\,000}{m \times (25/250)} \times 100 - 0.996w_2 \quad \dots\dots\dots (2)$$

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_2 ——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 0.05%。

5.5 钴含量和锰含量的测定

5.5.1 方法提要

用水溶解试样,用原子吸收分光光度计,以空气-乙炔火焰,采用标准加入法测定。

5.5.2 试剂

5.5.2.1 硝酸溶液:1+4。

5.5.2.2 钴标准溶液:1 mL 溶液含钴(Co)0.01 mg。

配制: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。

5.5.2.3 锰标准溶液:1 mL 溶液含锰(Mn)0.1 mg。

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

5.5.2.4 乙炔:高纯。

5.5.3 仪器设备

原子吸收分光光度计:配有钴空心阴极灯和锰空心阴极灯。

5.5.4 分析步骤

5.5.4.1 试验溶液 A 的制备

称取约 20 g 试样,精确至 0.01 g,置于 400 mL 烧杯中,加水溶解后,转移至 250 mL 容量瓶中,加入 5 mL 硝酸溶液,加水至刻度,摇匀。此溶液为试验溶液 A,用于钴含量和锰含量的测定,以及锌含量、铁含量、铜含量、铅含量和镉含量的测定。

5.5.4.2 测定

用移液管移取四份 10 mL 试验溶液 A,分别置于四个 100 mL 容量瓶中,按表 2 的规定分别加入钴标准溶液和锰标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

表 2 各杂质标准溶液移取的体积量

杂质元素	移取标准溶液的体积/ mL			
	1	2	3	4
钴	0	1.00	4.00	8.00
锰	0	0.50	1.00	2.00

在原子吸收分光光度计上,使用空气-乙炔火焰,选择最佳仪器工作条件,在表 3 给出的钴元素和锰元素测定波长下,用水调零,测量上述溶液的吸光度。

表 3 各杂质元素测定波长

杂质元素	钴	锰
测定波长/nm	240.7	279.5

以加入标准溶液的待测元素的质量(mg)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,交点即为试验溶液中待测元素的质量(mg)。

5.5.5 结果计算

钴或锰含量以钴(Co)或锰(Mn)的质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_2 = \frac{m' \times 10^{-3}}{m(10/250)} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- m' ——由工作曲线查出的被测溶液中含钴(Co)或锰(Mn)质量的数值,单位为毫克(mg);
- 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:钴含量优等品不大于 0.000 3%、一等品不大于 0.000 5%;锰含量优等品不大于 0.000 2%、一等品不大于 0.000 4%。

5.6 锌含量、铁含量、铜含量、铅含量和镉含量的测定

5.6.1 方法提要

用水溶解试样,用原子吸收分光光度计,以空气-乙炔火焰,采用标准加入法测定。

5.6.2 试剂

5.6.2.1 硝酸溶液:1+4。

5.6.2.2 锌标准溶液:1 mL 溶液含锌(Zn)0.01 mg。

配制:用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的锌标准储备溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.6.2.3 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。

5.6.2.4 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。

5.6.2.5 铅标准溶液:1 mL 溶液含铅(Pb)0.1 mg。

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

5.6.2.6 镉标准溶液:1 mL 溶液含镉(Cd)0.01 mg。

配制:用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的镉标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.6.2.7 乙炔:高纯。

5.6.3 仪器设备

原子吸收分光光度计:配有锌空心阴极灯、铁空心阴极灯、铜空心阴极灯、铅空心阴极灯和镉空心阴极灯。

5.6.4 分析步骤

用移液管移取四份 25 mL 试验溶液 A(5.5.4.1),分别置于四个 100 mL 容量瓶中,按表 4 的规定分别加入各种杂质元素标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

表 4 各杂质标准溶液移取的体积量

杂质元素	移取标准溶液的体积/mL			
	1	2	3	4
锌	0	1.00	2.00	4.00
铁	0	1.00	2.50	5.00
铜	0	1.00	2.00	4.00
铅	0	1.00	2.00	4.00
镉	0	1.00	2.00	4.00

在原子吸收分光光度计上,使用空气-乙炔火焰,选择最佳仪器工作条件,在表 5 给出的元素测定波长下,用水调零,测量上述溶液的吸光度。

表 5 各杂质元素测定波长

杂质元素	锌	铁	铜	铅	镉
测定波长/nm	213.9	248.3	324.8	283.3	228.8

以加入标准溶液的待测元素的质量(mg)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,交点即为试验溶液中待测元素的质量(mg)。

5.6.5 结果计算

金属元素含量以金属单质的质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_3 = \frac{m' \times 10^{-3}}{m(25/250)} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m' ——由工作曲线查出的被测溶液中被测元素质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——5.5.4.1 中称取试料的质量的数值,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:锌含量、镉含量和铜含量优等品不大于 0.000 2%、一等品不大于 0.000 5%;铁含量和铅含量优等品不大于 0.000 3%、一等品不大于 0.000 5%。

5.7 铁含量的测定——邻菲罗啉分光光度法(仲裁法)

5.7.1 方法提要

同 GB/T 3049—2006 第 3 章。

5.7.2 试剂

4-甲基-2-戊酮,其他试剂同 GB/T 3049—2006 第 4 章。

5.7.3 仪器设备

同 GB/T 3049—2006 第 5 章。

5.7.4 分析步骤

5.7.4.1 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。

5.7.4.2 测定

用移液管移取 25 mL 试验溶液 A(5.5.4.1)和 25 mL 空白试验溶液,分别置于 125 mL 分液漏斗中,加 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。向分液漏斗中加 20 mL 水,振摇 1 min,静置分层。水相移入 100 mL 容量瓶中,向分液漏斗中再加 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 乙酸-乙酸钠缓冲溶液、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(mg)。

5.7.5 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(5)计算:

$$w_i = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times (25/250)} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

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 ——5.5.4.1 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优等品不大于 0.000 2%,一等品不大于 0.000 5%。

5.8 砷含量的测定

5.8.1 方法提要

在酸性溶液中,用碘化钾和氯化亚锡将 As(V)还原为 As(III)。加锌粒与酸作用,产生新生态氢,使 As(III)进一步还原为砷化氢。砷化氢气体与溴化汞试纸作用时,产生棕黄色的汞砷化物,与标准溶液比对。

5.8.2 试剂

5.8.2.1 盐酸。

5.8.2.2 无砷金属锌。

5.8.2.3 碘化钾。

5.8.2.4 氯化亚锡溶液:400 g/L。

5.8.2.5 乙酸铅棉花。

5.8.2.6 溴化汞试纸。

5.8.2.7 砷标准储备液:1 mL 溶液含砷(As)0.1 mg。

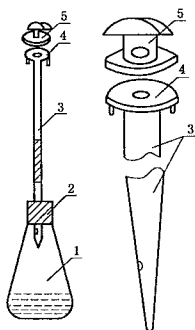
用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的砷标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。置于冰箱内保存。

5.8.2.8 砷标准溶液:1 mL 溶液含砷(As)0.001 mg。

用移液管移取 1 mL 砷标准储备液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液应在使用当天配置。

5.8.3 仪器

测砷装置如图 1 所示。使用时将玻璃帽盖在玻璃管上端管口,使圆孔互相吻合,将溴化汞试纸夹在中间,用橡皮圈或其他适宜的方法将玻璃帽与玻璃管固定。



说明：

- 1——锥形瓶；
- 2——橡胶塞；
- 3——玻璃管；
- 4——玻璃管上端管口；
- 5——玻璃帽。

图 1 测砷装置

5.8.4 分析步骤

称取 $1.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样，加水溶解后转移至 100 mL 容量瓶中，摇匀后移取 10 mL 置于锥形瓶或广口瓶中。加 75 mL 水，加 5 mL 盐酸、 1 g 碘化钾溶液、 0.2 mL 氯化亚锡溶液，摇匀，于室温放置 10 min 。然后加入 2.5 g 无砷金属锌，并立即塞上预先装有乙酸铅棉花及溴化汞试纸的测砷管，于约 $25 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 放置暗处 1 h 。取出溴化汞试纸，所呈砷斑颜色不得深于标准比对溶液。

标准比对溶液是分别移取 1 mL 和 2 mL 砷标准溶液，分别置于锥形瓶或广口瓶中，加水至 75 mL ，从“加 5 mL 盐酸……”开始，与试样同时同样处理。

优等品试样所得砷斑不得深于 1 mL 砷标准溶液所产生的砷斑；一等品试样所得砷斑不得深于 2 mL 砷标准溶液所产生的砷斑。

5.9 水不溶物含量的测定

5.9.1 方法提要

称取一定量的试样溶于水，过滤后，残渣在一定温度条件下干燥至质量恒定，称量后，确定水不溶物含量。

5.9.2 试剂

硝酸银溶液： 20 g/L 。

5.9.3 仪器设备

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

5.9.3.2 电热恒温干燥箱：温度能控制在 $105 \text{ }^{\circ}\text{C} \sim 110 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.9.4 分析步骤

称取约 20 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 500 mL 烧杯中,加入约 300 mL 水溶解试样。用已于 105 ℃~110 ℃条件下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚过滤,用水洗涤至滤液不含氯离子(用硝酸银溶液检验),置于电热恒温干燥箱中,在 105 ℃~110 ℃条件下干燥至质量恒定。

5.9.5 结果计算

水不溶物含量以质量分数 w_5 计,数值以%表示,按式(6)计算:

$$w_5 = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

m_1 ——水不溶物质量的数值,单位为克(g);

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 0.001%。

5.10 铬含量的测定

5.10.1 方法提要

在硫酸溶液中,以高锰酸钾氧化铬至六价,用尿素保护六价铬。加入亚硝酸钠消耗过量的高锰酸钾,调整溶液酸度后,加入二苯碳酰二肼与六价铬生成紫红色络合物,用异戊醇萃取后在波长 545 nm 下,用分光光度计测量其吸光度。

5.10.2 试剂

5.10.2.1 异戊醇。

5.10.2.2 亚硝酸钠溶液:20 g/L。

5.10.2.3 硫酸溶液:1+2。

5.10.2.4 磷酸溶液:1+2。

5.10.2.5 尿素溶液:200 g/L。

5.10.2.6 高锰酸钾溶液:40 g/L。

5.10.2.7 二苯碳酰二肼溶液:1 g/L。

称取 0.1 g 二苯碳酰二肼溶于 100 mL 含有 1 mL 硫酸溶液(1+9)的丙酮中,贮存于棕色瓶中。

5.10.2.8 铬标准溶液:1 mL 溶液含铬(Cr)0.001 mg。

配制:用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铬标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀后移取 10 mL 置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

5.10.3 仪器设备

5.10.3.1 锥形分液漏斗:125 mL。

5.10.3.2 分光光度计:配有 1 cm 吸收池。

5.10.4 分析步骤

5.10.4.1 试验溶液的测定

称取约 0.5 g 试样,精确至 0.01 g,置于 250 mL 烧杯中,加 40 mL 水溶解,加入 0.5 mL 硫酸溶液,滴加高锰酸钾溶液至溶液保持紫红色,小心加热煮沸 3 min。冷却后,加入 2 mL 尿素溶液,搅拌均匀,

滴加亚硝酸钠溶液至高锰酸钾溶液的紫红色刚好褪去,继续加热煮沸 1 min~2 min。冷却后加水至约 30 mL,将溶液完全转移至分液漏斗中,加入 0.5 mL 硫酸溶液、0.5 mL 磷酸溶液、2.0 mL 二苯碳酰二肼溶液,摇匀后加入 10 mL 异戊醇,振摇 2 min,静置后用 1 cm 比色皿在波长 545 nm 处测定有机相吸光度。

5.10.4.2 空白试验溶液的测定

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

5.10.4.3 工作曲线的绘制

在一组 125 mL 分液漏斗中,加入 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铬标准溶液,再分别加入 0.5 mL 硫酸溶液、0.5 mL 磷酸溶液、2.0 mL 二苯碳酰二肼溶液,加水 50 mL,摇匀后加入 10 mL 异戊醇,振摇 2 min,静置后用 1 cm 比色皿在波长 545 nm 处,测量有机相吸光度。以铬的质量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。根据工作曲线查出试验溶液和空白试验溶液中铬的质量(mg)。

5.10.5 结果计算

铬含量以铬(Cr)的质量分数 w_6 计,数值以%表示,按式(7)计算:

$$w_6 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (7)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得试验溶液中铬的质量的数值,单位为毫克(mg);

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

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 0.000 2%。

5.11 汞含量的测定

5.11.1 冷原子吸收光谱法(仲裁法)

5.11.1.1 方法提要

样品溶解在酸性溶液中所含的汞化合物成离子状态存在,加入还原剂还原成原子态(元素汞蒸气)。通过气流带出汞,进入石英管内,在波长为 253.7 nm 处测定汞,在一定浓度范围其吸收值与汞质量成正比,在工作曲线上查得汞质量。

5.11.1.2 试剂

5.11.1.2.1 氯化亚锡盐酸溶液:称取 25 g 氯化亚锡溶于 50 mL 热的盐酸中,冷却后移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.11.1.2.2 硝酸-重铬酸钾溶液:称取 5.0 g 重铬酸钾(优级纯)溶于水中,加入 5 mL 硝酸(优级纯),用水稀释至 100 mL。

5.11.1.2.3 汞标准溶液贮备液:1 mL 溶液含汞(Hg)0.1 mg。

配制:用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的汞标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,用硝酸-重铬酸钾溶液稀释至刻度,摇匀。置于冰箱内保存。

5.11.1.2.4 汞标准溶液 1 mL 溶液含汞(Hg)0.001 mg。

配制:用移液管移取 1 mL 汞标准溶液贮备液置于 100 mL 容量瓶中,用硝酸-重铬酸钾溶液稀释至

刻度,摇匀。此溶液使用时现配。

5.11.1.2.5 去离子水。

5.11.1.3 仪器设备

测汞仪或原子吸收分光光度计;配有汞空心阴极灯、冷原子蒸气发生装置、消解器。

5.11.1.4 分析步骤

5.11.1.4.1 工作曲线的绘制

取 5 个 50 mL 容量瓶,按表 6 分别加入汞标准溶液,稀释至刻度,摇匀。

表 6 汞标准工作曲线表

分液漏斗编号	1*	2	3	4	5
汞标准溶液体积/mL	0	2.00	4.00	6.00	8.00
工作曲线溶液汞的质量/mg	0	0.002	0.004	0.006	0.008
* 试剂空白溶液。					

5.11.1.4.2 测量

打开仪器,并将仪器性能调至最佳状态,用移液管分别移取系列汞标准工作溶液各 5 mL,置于仪器的汞蒸气发生器的还原瓶中,分别加入 3 mL 氯化亚锡盐酸溶液,并立即盖紧还原瓶,通入载气,从仪器读数显示的最高点测得其吸收值。

5.11.1.4.3 曲线绘制

从每个汞标准工作溶液的吸收值中减去空白试验溶液的吸收值,以汞质量为横坐标,吸收值为纵坐标,绘制工作曲线。

5.11.1.4.4 试样测定

称取约 1 g 试样,精确至 0.01 g,置于 100 mL 烧杯中,加水溶解,完全转移至 50 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。同时制备空白试验溶液。用移液管分别移取试验溶液和空白试验溶液各 5 mL,置于仪器的汞蒸气发生器的还原瓶中,以下按 5.11.1.4.2,从“分别加入 3 mL 氯化亚锡盐酸溶液,……”开始进行操作,测得其吸收值。

注:每次测定以后用水彻底清洗粘在石英管上的氯化亚锡,必要时可用硝酸-重铬酸钾溶液清洗一次石英管,再用水洗净。含汞废液参见附录 A 处理。

5.11.1.5 结果计算

汞含量以汞(Hg)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(8)计算:

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (8)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得试验溶液中汞的质量的数值,单位为毫克(mg);

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

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,平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 2%。

5.11.2 冷原子荧光法

5.11.2.1 方法提要

硝酸溶解试样,在酸性溶液中,以氯化亚锡将二价汞离子还原为汞原子,用高纯氙气导入原子荧光吸收池,冷原子荧光仪测定。

5.11.2.2 试剂

盐酸溶液(5+95)和 5.11.1.2 的试剂。

5.11.2.3 仪器设备

原子荧光仪:配有高强度汞空心阴极灯、双泵自动进样器。

5.11.2.4 分析步骤

5.11.2.4.1 工作曲线的绘制

依次分取汞标准溶液 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、16.00 mL,分别置于 5 个 50 mL 的容量瓶,分别加入 5 mL 盐酸溶液(1+1),用水稀释至刻度,摇匀。分别取适量于自动进样台上,将仪器调至最佳工作条件状态,盐酸溶液(5+95)作为载流,硫酸亚锡盐酸溶液作为还原性溶液,测定荧光值。从每个汞标准工作溶液的荧光值中减去空白试验溶液的荧光值,以汞质量为横坐标,荧光值为纵坐标,绘制工作曲线。

5.11.2.4.2 试样测定

称取约 1 g 试样,精确至 0.01 g,置于 100 mL 烧杯中,加水溶解,完全转移至 50 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸溶液(1+1),用水稀释至刻度,摇匀。同时制备空白试验溶液。以下按 5.11.2.4.1 进行操作,测得其荧光值。

5.11.2.5 结果计算

同 5.11.1.5。

5.12 硫酸盐含量的测定

5.12.1 方法提要

在微酸性介质中,用氯化钡沉淀硫酸根离子,与硫酸钡标准悬浮液比浊。

5.12.2 试剂

5.12.2.1 盐酸溶液:1+2。

5.12.2.2 氯化钡溶液:100 g/L。

5.12.2.3 不含硫酸盐的氯化镍溶液:制备方法见附录 B。

5.12.2.4 硫酸盐标准溶液:1 mL 溶液含硫酸根(SO_4)0.10 mg。

移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的硫酸盐标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.12.3 分析步骤

称取 $1.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样,置于 100 mL 烧杯中,加水使之溶解,全部转移至 100 mL 容量瓶中,用

水稀释至刻度,摇匀。移液管移取 5 mL 试验溶液,置于 50 mL 比色管中,加入 1 mL 盐酸溶液,加入 2 mL 氯化钡溶液,加水至刻度,摇匀。放置 5 min 后比较,其浊度不得深于标准比浊溶液。

标准比浊液是移取 2.50 mL 硫酸盐标准溶液和 5 mL 不含硫酸盐的氯化镍溶液,与试料同时同样处理。

6 检验规则

6.1 本标准规定了型式检验和出厂检验。

6.1.1 型式检验

要求中规定的所有指标项目为型式检验项目,在正常生产情况下,每三个月至少进行一次型式检验。有下列情况之一时,应进行型式检验:

- a) 更新关键生产工艺;
- b) 主要原料有变化;
- c) 停产又恢复生产;
- d) 与上次型式检验有较大差异;
- e) 合同规定。

6.1.2 出厂检验

要求中规定的镍含量、钴含量、锰含量、铁含量、铅含量、镉含量、铬含量、水不溶物含量和汞含量九项指标为出厂检验项目,应逐批检验。

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同一级别的精制氯化镍为一批,每批产品不超过 10 t。

6.3 按照 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。每一包装为一包装单元。采样时,将采样器自包装袋的上方斜插入至料层深度的 3/4 处采样。将采得的样品混匀后,按四分法或使用分样器缩分至样品不少于 800 g,分装于两个清洁干燥的瓶(袋)中,密封。瓶(袋)上粘贴标签,注明:生产厂名、产品名称、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶(袋)作为实验室样品,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,应重新自两倍量的采样单元中采样复验,复验结果即使只有一项指标不符合本标准要求时,则整批产品为不合格品。

6.5 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定试验结果是否符合标准。

7 标志、标签

7.1 精制氯化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、等级、净含量、批号(或生产日期)、本标准编号、GB/T 191—2008 中规定的“怕雨”及“怕晒”标志。

7.2 每批出厂的精制氯化镍都应附有质量证明书。内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、等级、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 精制氯化镍采用塑料编织袋包装: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,不得有漏缝、跳线现象。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 精制氯化镍在运输过程中应有遮盖物,防止日晒、雨淋、受潮。
- 8.3 精制氯化镍应贮存于阴凉干燥处,防止日晒、雨淋、受潮。
- 8.4 精制氯化镍在符合本标准包装、运输、贮存条件下,自生产之日起保质期不少于6个月。

附 录 A
(资料性附录)
处理汞废液的方法

A.1 方法提要

在碱性介质中,用过量的硫化钠沉淀汞,用过氧化氢氧化过量的硫化钠,防止汞以多硫化物的形式溶解。

A.2 试剂

A.2.1 氢氧化钠溶液:400 g/L。

A.2.2 硫化钠($\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$)。

A.2.3 过氧化氢溶液:30%。

A.3 处理步骤

将汞废液收集于约 50 L 的容器中,当汞废液达约 40 L 时,依次加入 400 mL 氢氧化钠溶液、100 g 硫化钠,摇匀。10 min 后缓慢加入过氧化氢溶液 400 mL,充分混合,放置 24 h 后将上部清液排入废水中,沉淀物转入另一容器中,由专人进行汞的回收。

上述操作中所用药剂均为工业级。

附 录 B
(规范性附录)

不含硫酸盐的氯化镍溶液的制备

称取试样 $1.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$, 加 20 mL 水和 3 mL 盐酸溶液(1+2), 加热溶解后, 冷却。加水至约 30 mL , 加入 10 mL 盐酸溶液(1+2), 在 $30\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 35\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下保温 10 min , 转移至 100 mL 容量瓶中, 加入 8 mL 氯化钡溶液, 用水稀释至刻度, 摇匀后放置 30 min 过滤。滤液即为不含硫酸盐的氯化镍溶液。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
精 制 氯 化 镍
GB/T 26522—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 1.5 字数 35 千字
2011年8月第一版 2011年8月第一次印刷

*

书号: 155066·1-43241 定价 24.00 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 26522-2011