

ICS 71.060.20
G 13
备案号:41820—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4502—2013

工业氧化亚镍

Nickel monoxide for industrial use

2013-10-17 发布

2014-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 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技术委员会(SAC/TC63/SC1)归口。

本标准起草单位：浙江华友钴业股份有限公司、中海油天津化工研究设计院、精细化学品集团有限公司。

本标准主要起草人：陈雪华、李光明、金秋玲、蒋国芬。

工业氧化亚镍

1 范围

本标准规定了工业氧化亚镍的分类、要求、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于工业氧化亚镍。该产品用于生产电池、镍锌铁氧体磁性材料、镍催化剂和镍盐的原料,还可用作瓷釉的着色剂、陶瓷工业用色料,茶色玻璃和显像管玻壳的着色剂等。

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,仅所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 6003.1—2012 试验筛 技术要求和检验 第1部分:金属丝编织网试验筛

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 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第2部分:杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第3部分:试剂及制品的制备

3 分子式和相对分子质量

分子式: NiO

相对分子质量: 74.68(按 2011 年国际相对原子质量)

4 分类

工业氧化亚镍分为两类。

I类:用于生产电池和镍锌铁氧体磁性材料。

II类:用于生产镍催化剂和镍盐的原料以及用作瓷釉的着色剂、陶瓷工业用色料,茶色玻璃和显像管玻壳的着色剂等。

5 要求

5.1 外观:绿色、灰绿色或黑色粉末。

5.2 工业氧化亚镍按本标准规定的试验方法检测应符合表1的技术要求。

表 1 技术要求

项 目		指 标			
		I 类		II 类	
		一等品	合格品	一等品	合格品
氧化亚镍(以 Ni 计) $w/\%$	$\geq$	78.0	77.0	76.0	75.0
总硫(以 S 计) $w/\%$	$\leq$	0.01	0.03	0.05	0.15
盐酸不溶物 $w/\%$	$\leq$	0.01	0.01	0.3	0.4
钴(Co) $w/\%$	$\leq$	0.002	0.02	0.30	0.50
铜(Cu) $w/\%$	$\leq$	0.002	0.01	0.10	0.20
铁(Fe) $w/\%$	$\leq$	0.01	0.02	0.15	0.20
锌(Zn) $w/\%$	$\leq$	0.002	0.01	0.10	0.20
锰(Mn) $w/\%$	$\leq$	0.002	0.01	—	—
钙(Ca) $w/\%$	$\leq$	0.02	0.04	1.0	1.3
镁(Mg) $w/\%$	$\leq$	0.02	0.04		
钠(Na) $w/\%$	$\leq$	0.01	0.03		
筛余物(0.154 mm 试验筛) $w/\%$	$\leq$	—	—	0.2	0.2
粒度(D_{50})/ μm		1~5	1~10	—	—

6 试验方法

6.1 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,操作时须小心谨慎!如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗,严重者应立即就医。挥发性有机溶剂大部分有害人体健康且易燃,操作时应在通风橱中进行,并防止与明火接触。

6.2 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。试验中所用杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 的规定制备。

6.3 外观判别

在自然光条件下,用目视法进行判别。

6.4 氧化亚镍含量的测定

6.4.1 方法提要

在氨性溶液中,以酒石酸钾钠作掩蔽剂,与铁、铝等杂质形成可溶性络合物以消除干扰,用丁二酮肟作沉淀剂,和镍生成红色的丁二酮肟镍沉淀,经过滤、洗涤、干燥、称量,计算出镍含量。

6.4.2 试剂和材料

6.4.2.1 硝酸。

6.4.2.2 酒石酸钾钠溶液:200 g/L。

6.4.2.3 乙酸铵溶液:200 g/L。

6.4.2.4 硫代硫酸钠溶液:200 g/L。

6.4.2.5 氨水溶液:1+1。

6.4.2.6 丁二酮肟乙醇溶液:10 g/L。

配制:称取 10.0 g 丁二酮肟,溶于无水乙醇,并用无水乙醇稀释至 1 000 mL。

6.4.3 仪器、设备

6.4.3.1 水浴:温度可控制在 70℃~80℃。

6.4.3.2 电热恒温干燥箱:温度可控制在 105℃±2℃。

6.4.3.3 玻璃砂坩埚:滤板孔径为 5 μm~15 μm。

6.4.4 分析步骤

6.4.4.1 试验溶液的制备

称取约 1 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 100 mL 烧杯中,加少量水湿润,加入 5 mL 硝酸,加热溶解,盖上表面皿,置于电炉上蒸发至近干,冷却。加水煮沸使结晶溶解,冷却,移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.4.4.2 测定

将试验溶液干过滤,弃去最初 20 mL 滤液,用移液管移取 10 mL 滤液,置于 400 mL 烧杯中,加入 20 mL 酒石酸钾钠溶液、150 mL 沸水、20 mL 乙酸铵溶液,在不断搅拌下,加入 40 mL 硫代硫酸钠溶液,放置片刻,在不断搅拌下,加入 40 mL 丁二酮肟乙醇溶液,用氨水溶液调至 pH 在 7~8(用精密 pH 试纸检验),置于 70℃~80℃水浴中保温 30 min。

用已于 105℃±2℃下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚过滤,用热水洗净烧杯,并洗涤玻璃砂坩埚内沉淀物 10 次以上,将盛有沉淀的玻璃砂坩埚置于电热恒温干燥箱中,于 105℃±2℃下干燥至质量恒定。

6.4.5 结果计算

氧化亚镍含量以镍(Ni)质量分数 w_1 计,按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{m_1 \times 0.2033}{m \times (10/250)} \times 100\% \quad (1)$$

式中:

m_1 ——试验溶液生成丁二酮肟镍沉淀质量的数值,单位为克(g);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

0.2033——丁二酮肟镍换算成镍的系数。

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 0.3%。

6.5 总硫含量的测定

6.5.1 方法提要

在助熔剂存在下,硫与通入高频感应炉内的氧气反应生成二氧化硫,载入红外检测系统,根据二氧化硫气体吸收特定波长的红外光能变化测出硫的含量。

6.5.2 试剂和材料

6.5.2.1 纯钨助熔剂(硫含量≤0.000 5%)。

6.5.2.2 纯铁助熔剂(硫含量≤0.000 5%)。

6.5.2.3 标准钢样(硫含量:0.002%~0.2%)。

6.5.3 仪器、设备

6.5.3.1 高频红外碳硫分析仪。

6.5.3.2 瓷坩埚:φ25 mm×25 mm。

使用前应在大于 1 000℃高温炉中灼烧不少于 1 h,取出置于干燥器内冷却,备用。

6.5.4 分析步骤

6.5.4.1 仪器准备

按仪器说明书准备好,将仪器开启,通过燃烧几个类似于待测试样的样品来调整仪器,使仪器达到稳定态。

6.5.4.2 仪器校正

称取约 0.2 g 标准钢样,置于瓷坩埚中,加入 0.4 g 纯铁助熔剂和 1.1 g 纯钨助熔剂。将瓷坩埚放到炉子的支座上,升到燃烧位置,按仪器说明书中的校准步骤进行操作,反复做 3 个~5 个标准钢样,直到标准钢样中硫的分析结果稳定在误差范围内为止。

6.5.4.3 空白校正

称取约 0.5 g 标准钢样,置于瓷坩埚中,加入 0.4 g 纯铁助熔剂和 1.1 g 纯钨助熔剂。将瓷坩埚放到炉子的支座上,升到燃烧位置,按仪器说明书中的校正空白步骤进行操作,反复做 3 个~5 个标准钢样,分别得到一个重现性较好的硫的平均结果,然后扣除标准钢样中硫的质量分数,得到的空白值贮存在计算机中(当试样中硫质量分数 $\geq 0.1\%$ 时,6.5.4.3 可以省略。)空白值确定之后,按 6.5.4.2 再重复一次标准钢样的测定,测定结果应稳定在误差范围之内,再选择一个与被测试样含硫量相当的标样复验。

6.5.4.4 测定

称取约 0.2 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于瓷坩埚中,加入 0.4 g 纯铁助熔剂和 1.1 g 纯钨助熔剂。将坩埚放到炉子的支座上,升到燃烧位置,按仪器说明书中的分析步骤进行操作,仪器自动扣除空白之后显示出硫的质量分数。

所得结果表示至两位有效数字。

6.6 盐酸不溶物含量的测定

6.6.1 方法提要

用盐酸溶解试样,将不溶物过滤、干燥、称量。

6.6.2 试剂

盐酸溶液:1+1。

6.6.3 仪器

6.6.3.1 电热恒温干燥箱:温度控制在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.6.3.2 玻璃砂坩埚:滤板孔径为 $15\text{ }\mu\text{m} \sim 40\text{ }\mu\text{m}$ 。

6.6.4 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,加少量水湿润,加入 50 mL 盐酸溶液,加热至沸,并保持微沸 2 h。用预先于 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚过滤,用热水洗净烧杯,并洗涤玻璃砂坩埚内不溶物 10 次以上,置于电热恒温干燥箱中,于 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定。

6.6.5 结果计算

盐酸不溶物含量以质量分数 w_2 计,按公式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad (2)$$

式中:

m_1 ——盐酸不溶物和玻璃砂坩埚质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——玻璃砂坩埚质量的数值,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 0.05 %。

6.7 钴、铜、铁、锌、锰含量的测定

6.7.1 原子吸收分光光度法(仲裁法)

6.7.1.1 方法提要

用酸溶解试样,在原子吸收分光光度计上,于相应波长处,用工作曲线法测定试验溶液中钴、铜、铁、锌、锰含量。

6.7.1.2 试剂和材料

6.7.1.2.1 盐酸溶液:1+1。

6.7.1.2.2 硝酸溶液:1+1。

6.7.1.2.3 钴标准溶液:1 mL 溶液含钴(Co)0.050 mg。

用移液管移取 5 mL 按 HG/T 3696.2 配制的钴标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,加 1 mL 硝酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

6.7.1.2.4 铜标准溶液:1 mL 溶液含铜(Cu)0.050 mg。

用移液管移取 5 mL 按 HG/T.3696.2 配制的铜标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,加 1 mL 硝酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

6.7.1.2.5 铁标准溶液:1 mL 溶液含铁(Fe)0.050 mg。

用移液管移取 5 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铁标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,加 1 mL 硝酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

6.7.1.2.6 锌标准溶液:1 mL 溶液含锌(Zn)0.010 mg。

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的锌标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,加 1 mL 硝酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

6.7.1.2.7 锰标准溶液:1 mL 溶液含锰(Mn)0.050 mg。

用移液管移取 5 mL 按 HG/T 3696.2 配制的锰标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,加 1 mL 硝酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

6.7.1.2.8 二级水:符合 GB/T 6682—2008 的规定。

6.7.1.3 仪器

原子吸收分光光度计:配有钴、铜、铁、锌、锰空心阴极灯。

6.7.1.4 分析步骤

6.7.1.4.1 试验溶液的制备

称取约 1 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 150 mL 烧杯中,加少量水湿润,加入 15 mL 盐酸溶液,低温加热溶解,并蒸发至湿盐状,冷却。加 5 mL 硝酸溶液,蒸发至湿盐状,冷却。加约 30 mL 水,加热溶解,煮沸,冷却。全部转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.7.1.4.2 工作曲线的绘制

按表 2 的要求分别移取相应体积的各元素标准溶液,置于 4 个 100 mL 容量瓶中,在每个容量瓶中分别加入 2.0 mL 硝酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

表 2 各元素标准溶液移取的体积量

元素	移取各元素标准溶液的体积/mL			
	1	2	3	4
钴	0.00	3.00	5.00	10.00
铜	0.00	1.50	3.00	6.00
铁	0.00	2.50	5.00	10.00
锌	0.00	1.50	3.00	6.00
锰	0.00	1.00	2.00	4.00

使用空气-乙炔火焰,于原子吸收分光光度计上,在仪器最佳的测定条件下,按表 3 选取各元素测定波长,以水调零,测量工作曲线系列溶液的吸光度,减去空白溶液的吸光度,以被测各元素浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

表 3 各元素的测定波长

元素	钴	铜	铁	锌	锰
测定波长/nm	240.7	324.8	248.3	213.9	279.5

6.7.1.4.3 测定

试验溶液(6.7.1.4.1)用于Ⅰ类产品的钴含量、铜含量、铁含量、锰含量的测定,及Ⅰ类产品一等品的锌含量的测定。

移取 10.0 mL 试验溶液(6.7.1.4.1)置 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀后用于Ⅱ类产品的钴含量、铜含量和铁含量的测定。

移取 2.00 mL 试验溶液(6.7.1.4.1)置 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀后用于Ⅰ类产品合格品和Ⅱ类产品的锌含量测定。

同时制备空白试验溶液,与被测溶液的制备相同,除不加试样外,其他加入的试剂量与制备试验溶液相同。

与工作曲线系列溶液同时,以水调零,测量被测溶液的吸光度,减去空白试验溶液的吸光度,从相应工作曲线上查得该元素的浓度(ρ_x)。

6.7.1.5 结果计算

各元素(钴、铜、铁、锌、锰)含量以质量分数 w_3 计,按公式(3)计算:

$$w_3 = \frac{\rho_x \times 0.1 \times 10^{-3}}{km} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

ρ_x ——由工作曲线得出的试验溶液中被测元素浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

k ——试验溶液分取系数:计算Ⅰ类产品的钴含量、铜含量、铁含量、锰含量,及Ⅰ类产品一等品的锌含量时为 1;计算Ⅱ类产品的钴含量、铜含量和铁含量时为 0.1;计算Ⅰ类产品合格品和Ⅱ类产品的锌含量时为 0.02。

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:Ⅰ类产品不大于 0.000 5 %;Ⅱ类产品不大于 0.005 %。

6.7.2 电感耦合等离子体发射光谱法

6.7.2.1 方法提要

在盐酸介质中,按仪器优化后的工作条件及分析谱线,用电感耦合等离子体发射光谱仪以工作曲线法测定样品中钴、铜、铁、锌、锰含量。

6.7.2.2 试剂和材料

6.7.2.2.1 盐酸溶液:1+1。

6.7.2.2.2 硝酸溶液:1+1。

6.7.2.2.3 钴标准溶液:1 mL 溶液含钴(Co)0.050 mg。

用移液管移取 5 mL 按 HG/T 3696.2 配制的钴标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,加 1 mL 硝酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

6.7.2.2.4 铜标准溶液:1 mL 溶液含铜(Cu)0.050 mg。

用移液管移取 5 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铜标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,加 1 mL 硝酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

6.7.2.2.5 铁标准溶液:1 mL 溶液含铁(Fe)0.050 mg。

用移液管移取 5 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铁标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,加 1 mL 硝酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

6.7.2.2.6 锌标准溶液:1 mL 溶液含锌(Zn)0.050 mg。

用移液管移取 5 mL 按 HG/T 3696.2 配制的锌标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,加 1 mL 硝酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

6.7.2.2.7 锰标准溶液:1 mL 溶液含锰(Mn)0.050 mg。

用移液管移取 5 mL 按 HG/T 3696.2 配制的锰标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,加 1 mL 硝酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

6.7.2.2.8 二级水:符合 GB/T 6682—2008 的规定。**6.7.2.3 仪器**

电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP)。

6.7.2.4 分析步骤**6.7.2.4.1 工作曲线的绘制**

分别移取 0.00 mL、0.20 mL、0.50 mL、2.00 mL、5.00 mL 的钴、铜、铁、锌和锰标准溶液,置于 5 个 100 mL 容量瓶中,在每个容量瓶中分别加入 1.0 mL 硝酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

按电感耦合等离子体发射光谱仪操作规程打开仪器,待仪器处于稳定状态后,按仪器优化的工作条件及优化的分析谱线波长,以水为空白,对混合标准溶液和试验溶液进行测定,以被测各元素浓度为横坐标,对应的发射强度值为纵坐标,绘制工作曲线。

6.7.2.4.2 测定

试验溶液(6.7.1.4.1)用于 I 类产品的测定。

移取 5.00 mL 试验溶液(6.7.1.4.1)置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀后用于 II 类产品的测定。

同时制备空白试验溶液:除不加样品外,其他操作与被测溶液同时、同样处理。

与工作曲线系列溶液同时,以水调零,测量被测溶液的吸光度,减去空白试验溶液的吸光度,从相应工作曲线上查得该元素的浓度(ρ_x)。

6.7.2.5 结果计算

各元素(钴、铜、铁、锌、锰)含量以质量分数 w_3 计,按公式(4)计算:

$$w_3 = \frac{\rho_x \times 0.1 \times 10^{-3}}{km} \times 100 \% \quad \text{..... (4)}$$

式中:

ρ_x ——由工作曲线得出的试验溶液中被测元素浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

k ——试验溶液分取系数: I 类产品为 1, II 类产品为 0.05。

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: I 类产品不大于 0.000 5 %; II 类产品不大于 0.005 %。

6.8 钙、镁的含量测定**6.8.1 原子吸收分光光度法(仲裁法)****6.8.1.1 方法提要**

在盐酸介质中,以镧盐为释放剂,在原子吸收分光光度计上,于相应波长处,用工作曲线法测定试验溶液中钙和镁含量。

6.8.1.2 试剂和材料**6.8.1.2.1 盐酸溶液:**1+1。**6.8.1.2.2 高氯酸溶液:**1+1。**6.8.1.2.3 氧化镧溶液:**10 g/L。

称取 1 g 氧化镧(氧化镧质量分数 ≥ 99.50 %,钙质量分数 $\leq 0.000 2$ %)于烧杯中,用 5 mL 盐酸溶

液溶解,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.8.1.2.4 钙标准溶液:1 mL 溶液含钙(Ca)0.050 mg。

用移液管移取 5 mL 按 HG/T 3696.2 配制的钙标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,加 2 mL 盐酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

6.8.1.2.5 镁标准溶液:1 mL 溶液含镁(Mg)0.020 mg。

用移液管移取 2 mL 按 HG/T 3696.2 配制的镁标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,加 2 mL 盐酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

6.8.1.2.6 二级水:符合 GB/T 6682—2008 的规定。

6.8.1.3 仪器

原子吸收分光光度计:配有钙、镁空心阴极灯。

6.8.1.4 分析步骤

6.8.1.4.1 试验溶液的制备

称取约 0.2 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 150 mL 烧杯中,加少量水湿润,加入 15 mL 盐酸溶液,低温加热溶解,并蒸发至湿盐状,冷却。加入 1 mL 盐酸溶液及约 20 mL 水,加热煮沸使盐溶解,冷却,移入 100 mL 容量瓶中,加入 4 mL 氧化镧溶液、1 mL 高氯酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

对于Ⅱ类产品,移取 2 mL 试验溶液,置于 100 mL 容量瓶中,加入 4 mL 氧化镧溶液、1 mL 高氯酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

6.8.1.4.2 空白试验溶液的制备

除不加样品外,其他操作与制备试验溶液同时、同样处理。

6.8.1.4.3 工作曲线的绘制

用移液管分别移取 0.00 mL(空白溶液)、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL 钙标准溶液和镁标准溶液,置于 4 个 100 mL 容量瓶中,分别加入 4 mL 氧化镧溶液、1 mL 高氯酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。使用空气-乙炔火焰,于原子吸收分光光度计上,在仪器最佳的测定条件下,分别在测定钙 422.7 nm 和测定镁 285.2 nm 的波长处,以水调零,测量标准系列溶液的吸光度,减去空白溶液的吸光度,以被测元素浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6.8.1.4.4 测定

使用空气-乙炔火焰,于原子吸收分光光度计上,在仪器最佳的测定条件下,与标准系列溶液同时,以水调零,测量试验溶液的吸光度,减去空白试验溶液的吸光度,从相应工作曲线上查得相应元素的浓度(ρ_x)。

6.8.1.5 结果计算

各元素(钙、镁)含量以质量分数 w_4 计,按公式(5)计算:

$$w_4 = \frac{\rho_x \times 0.1 \times 10^{-3}}{km} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

ρ_x ——由工作曲线得出的试验溶液中被测元素浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

k ——试验溶液分取系数:Ⅰ类产品为 1,Ⅱ类产品为 0.02。

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:Ⅰ类产品不大于 0.005 %;Ⅱ类产品不大于 0.05 %。

6.8.2 电感耦合等离子体发射光谱法

6.8.2.1 方法提要

在盐酸介质中,按仪器优化后的工作条件及分析谱线,用电感耦合等离子体发射光谱仪以工作曲线法测定样品中钙和镁含量。

6.8.2.2 试剂和材料

6.8.2.2.1 盐酸溶液:1+1。

6.8.2.2.2 钙标准溶液:1 mL 溶液含钙(Ca)0.050 mg。

用移液管移取 5 mL 按 HG/T 3696.2 配制的钙标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,加 2 mL 盐酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

6.8.2.2.3 镁标准溶液:1 mL 溶液含镁(Mg)0.050 mg。

用移液管移取 5 mL 按 HG/T 3696.2 配制的镁标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,加 2 mL 盐酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

6.8.2.2.4 二级水:符合 GB/T 6682—2008 的规定。

6.8.2.3 仪器

电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP)。

6.8.2.4 分析步骤

6.8.2.4.1 试验溶液的制备

称取约 0.5 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 150 mL 烧杯中,加少量水湿润,加入 15 mL 盐酸溶液,低温加热溶解,并蒸发至湿盐状,冷却。加约 30 mL 水,加热溶解,煮沸,冷却。移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

对于Ⅱ类产品,移取 5 mL 试验溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.8.2.4.2 空白试验溶液的制备

除不加样品外,其他操作与制备试验溶液同时、同样处理。

6.8.2.4.3 混合标准溶液的配制

用移液管分别移取 0 mL、0.20 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL 钙标准溶液和镁标准溶液,置于五个 100 mL 容量瓶中。在每个容量瓶中分别加入 2.0 mL 盐酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀,配制混合元素标准溶液。

6.8.2.4.4 测定

按电感耦合等离子体发射光谱仪操作规程打开仪器,待仪器处于稳定状态后,按仪器优化的工作条件及优化的分析谱线波长,以水为空白,对混合标准溶液和试验溶液进行测定,以被测各元素浓度为横坐标,对应的发射强度值为纵坐标,绘制工作曲线。在工作曲线上查出所测试验溶液中各待测元素的浓度(ρ_x)。

6.8.2.5 结果计算

各元素(钙、镁)含量以质量分数 w_i 计,按公式(6)计算:

$$w_i = \frac{\rho_x \times 0.1 \times 10^{-3}}{km} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

ρ_x ——由工作曲线得出的试验溶液中被测元素浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

k ——试验溶液分取系数:Ⅰ类产品为 1,Ⅱ类产品为 0.05。

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:Ⅰ类产品不大于 0.005%;Ⅱ类产品不大于 0.05%。

6.9 钠含量的测定

6.9.1 方法提要

以氯化铯作消电离剂,采用空气-乙炔火焰,于波长在 589.0 nm 处,用原子吸收分光光度计测定钠。

6.9.2 试剂和材料

6.9.2.1 盐酸溶液:1+1。

6.9.2.2 硝酸溶液:1+1。

6.9.2.3 氯化铯溶液:10 g/L。

6.9.2.4 钠标准溶液:1 mL 溶液含钠(Na)0.010 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,加 2 mL 硝酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

6.9.2.5 二级水:符合 GB/T 6682—2008 的规定。

6.9.3 仪器

原子吸收分光光度计:配有钠空心阴极灯。

6.9.4 分析步骤

6.9.4.1 试验溶液的制备

称取约 0.5 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 150 mL 烧杯中,加入 20 mL 盐酸溶液,低温加热溶解,加 5 mL 硝酸溶液,蒸发至湿盐状态,冷却。加约 30 mL 水,加热煮沸后取下,冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.9.4.2 空白试验溶液的制备

除不加样品外,其他操作与制备试验溶液同时、同样处理。

6.9.4.3 工作曲线的绘制

用移液管分别移取 0.00 mL(空白试验)、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 钠标准溶液于 100 mL 容量瓶中,分别加入 2.0 mL 盐酸溶液、2.5 mL 氯化铯溶液,用水稀释至刻度,摇匀。使用空气-乙炔火焰,于原子吸收分光光度计上,在仪器最佳的测定条件下,在 589.0 nm 波长处,以水调零,测量标准系列溶液的吸光度,减去空白溶液的吸光度,以钠的浓度为横坐标,对应吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6.9.4.4 测定

I 类产品:移取 20 mL 试验溶液,置于 100 mL 容量瓶中,加入 2.0 mL 盐酸溶液、2.5 mL 氯化铯溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

II 类产品:移取 10 mL 试验溶液,置于 100 mL 容量瓶中,加入 2.0 mL 盐酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。再移取 10 mL 该试验溶液,置于另一个 100 mL 容量瓶中,加入 2.0 mL 盐酸溶液、2.5 mL 氯化铯溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

使用空气-乙炔火焰,于原子吸收分光光度计上,在仪器最佳的测定条件下,与标准系列溶液同时,以水调零,测量试验溶液的吸光度,减去空白试验溶液的吸光度,从相应工作曲线上查得钠的浓度(ρ)。

6.9.5 结果计算

钠含量以钠(Na)的质量分数 w_5 计,按公式(7)计算:

$$w_5 = \frac{\rho \times 0.1 \times 10^{-3}}{km} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

ρ ——从工作曲线查得的试验溶液中钠浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

k ——试验溶液分取系数:I 类产品为 0.2,II 类产品为 0.01。

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:I 类产品不大于 0.005 %;II 类产品不大于 0.05 %。

6.10 筛余物的测定

6.10.1 仪器、设备

6.10.1.1 试验筛:符合 GB/T 6003.1—2012 中 R40/3 系列, $\phi 200 \times 50-0.045/0.032$ 。

6.10.1.2 电动振筛机:振动频率为 100 次/min~300 次/min,振幅 1 mm~6 mm。

6.10.2 分析步骤

将清洁、干燥的 0.154 mm 试验筛置于试验筛底盘上,一起装在电动振荡机上。称取约 100 g 充分混匀的试样,精确至 0.1 g,置于筛上,加筛盖。开动电动振荡器,振幅为 2 mm,频率为 150 次/min,振动 4 min±10 s,停止振荡后取下筛子和底盘,称取试验筛上的试样质量。也可以采用手动法进行测定。

6.10.3 结果计算

筛余物以质量分数 w_6 计,按公式(8)计算:

$$w_6 = \frac{m_1}{m} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中:

m_1 ——筛余物质量的数值,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 0.02 %。

6.11 粒度(D_{50})的测定

6.11.1 仪器

6.11.1.1 激光粒径分析仪,符合下列要求:

- a) 量程:0.02 μm ~2 000 μm ;
- b) 精度:±1 %;
- c) 检测角度:0°~135°。

6.11.1.2 超声波分散仪。

6.11.2 分析步骤

根据激光粒径分析仪的要求称取一定量的试样,加入 100 mL 水。将试样溶液置于超声波分散仪上进行超声分散 20 min。按激光粒径分析仪操作步骤测定试样的激光粒径 D_{50} (建议折射率为 2.18)。

7 检验规则

7.1 本标准要求的指标项目为出厂检验项目,应逐批检验。

7.2 生产企业用相同材料,在基本相同的生产条件,连续生产或同一班组生产的同一类别、同一级别的工业氧化亚镍为一批。每批产品不超过 20 t。

7.3 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插入至料层深度的 3/4 处采样。将所采样品混匀,用四分法缩分至约 500 g,立即分装入两个干燥、清洁的广口瓶(或塑料袋)中,密封,瓶(袋)上粘贴标签,注明:生产厂名、产品名称、类别、等级、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。

7.4 检验结果中如有指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装袋中采样进行复验,复验结果即使有一项指标不符合本标准要求时,则整批产品为不合格。

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

8 标志、标签

8.1 工业氧化亚镍包装袋上要有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址及产品名称、类别、等级、净含量、批号或生产日期、本标准编号以及 GB/T 191—2008 所规定的“怕晒”和“怕雨”标志。

8.2 每批出厂的工业氧化亚镍都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、厂址及产品名称、类别、等级、净含量、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。

9 包装、运输、贮存

9.1 工业氧化亚镍采用双层包装,内包装为聚乙烯塑料袋,外包装为塑料编织袋。每袋净含量 25 kg

HG/T 4502—2013

或 50 kg。如需特殊包装,供需双方协商。

9.2 工业氧化亚镍的包装,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;外袋用维尼龙绳线或其他质量相当的线缝口。工业氧化亚镍的外包装也可以采用纸板桶或铁桶包装。

9.3 工业氧化亚镍在运输过程中应有遮盖物,防止雨淋和日晒。

9.4 工业氧化亚镍应贮存于阴凉、干燥处,防止雨淋和日晒。

中 华 人 民 共 和 国

化 工 行 业 标 准

工 业 氧 化 亚 镍

HG/T 4502—2013

出版发行:化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张1 字数28千字

2014年2月北京第1版第1次印刷

书号:155025·1665

购书咨询:010-64518888

售后服务:010-64518899

网址:<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定价:14.00元

版权所有 违者必究