

ICS 71.060.50
G 12
备案号:34567—2012

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4197—2011

工业用氨基磺酸镍

Nickel sulfamate for industrial use

2011-12-20 发布

2012-07-01 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硫和硫酸分技术委员会(SAC/TC63/SC7)归口。

本标准起草单位：吉林吉恩镍业股份有限公司、精细化学品集团有限公司、江西核工业兴中科技有限公司。

本标准主要起草人：袁凤艳、王宙晖、汤森进、孟庆伟、何莹莹、胡昌文、周风云、金明玉。

工业用氨基磺酸镍

警告——本标准中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,部分操作具有危险性。本标准并未揭示所有可能的安全问题,使用者应严格按照有关规定正确使用,并有责任采取适当的安全和健康措施。

1 范围

本标准规定了工业用氨基磺酸镍的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输和贮存。
本标准适用于以含镍废料、镍盐或金属镍为原料制得的工业用氨基磺酸镍。

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 包装储运图示标志
- GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6679 固体化工产品采样通则
- GB/T 6682 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

3 要求

工业用氨基磺酸镍按产品质量分为优等品、一等品和合格品,技术指标应符合表 1 的规定。

表 1

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
外观	绿色颗粒状晶体	绿色颗粒状晶体	绿色颗粒状晶体
氨基磺酸镍[Ni(NH ₂ SO ₃) ₂ ·4H ₂ O]的质量分数/% ≥	98.5	97.5	96.5
钴(Co)的质量分数/% ≤	0.01	0.05	0.05
铜(Cu)的质量分数/% ≤	0.000 5	0.001	0.002
铁(Fe)的质量分数/% ≤	0.000 5	0.001	0.002
铅(Pb)的质量分数/% ≤	0.000 5	0.001	0.001
锌(Zn)的质量分数/% ≤	0.001	0.005	0.010
水不溶物的质量分数/% ≤	0.01	0.02	0.02
硫酸盐(以 SO ₄ ²⁻ 计)的质量分数/% ≤	0.05	0.10	0.20
氯化物(以 Cl ⁻ 计)的质量分数/% ≤	0.005	0.01	0.02

4 试验方法

4.1 通则

本标准中所用的试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、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 的规定制备。

4.2 氨基磺酸镍质量分数的测定

4.2.1 丁二酮肟称量法(仲裁法)

4.2.1.1 原理

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,丁二酮肟和镍生成红色的丁二酮肟镍沉淀,经过滤、洗涤、干燥至恒重,计算出氨基磺酸镍的质量分数。

4.2.1.2 试剂

4.2.1.2.1 氯化铵溶液:200 g/L。

4.2.1.2.2 酒石酸溶液:200 g/L。

4.2.1.2.3 丁二酮肟乙醇溶液:10 g/L。

称取 1.0 g 丁二酮肟,溶解于乙醇(95 %)中,并用乙醇(95 %)稀释至 100 mL。

4.2.1.2.4 氨水溶液:1+1。

4.2.1.2.5 乙醇(95 %)溶液:1+4。

4.2.1.3 仪器

4.2.1.3.1 玻璃砂芯坩埚:4 号,容积 30 mL。

4.2.1.3.2 恒温鼓风干燥箱:能控制温度 105 ℃~110 ℃。

4.2.1.4 分析步骤

称取约 3 g 试样,精确至 0.000 1 g,置于 100 mL 烧杯中,加 40 mL 水溶解,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

量取 10.00 mL 上述试液,置于 400 mL 烧杯中,加水至约 150 mL,加入 5 mL 氯化铵溶液(4.2.1.2.1)、5 mL 酒石酸溶液(4.2.1.2.2),盖上表面皿,加热至沸,取下冷却至 70 ℃~80 ℃时,在不断搅拌下缓慢加入 30 mL 丁二酮肟乙醇溶液(4.2.1.2.3),滴加氨水溶液(4.2.1.2.4)调节溶液 pH 值为 8~9(用精密 pH 试纸检验),再过量 1 mL~2 mL。将盛有沉淀的烧杯置于 70 ℃~80 ℃的水浴中保温 1 h,然后用已于 105 ℃~110 ℃干燥至恒重的玻璃砂芯坩埚(4.2.1.3.1)过滤,用乙醇(95 %)溶液(4.2.1.2.5)洗涤沉淀 4 次~5 次,将玻璃砂芯坩埚连同沉淀放入恒温鼓风干燥箱(4.2.1.3.2)内于 105 ℃~110 ℃下干燥 2 h,取出放在干燥器中冷却至室温,称量。继续干燥、冷却、称量,直至恒重。

4.2.1.5 结果计算

氨基磺酸镍 $[\text{Ni}(\text{NH}_2\text{SO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 的质量分数 w_1 ,数值以 % 表示,按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(m_2 - m_1) \times 1.1177}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_2 ——玻璃砂芯坩埚和沉淀的质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——玻璃砂芯坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m ——分取试料的质量的数值,单位为克(g);

1.1177——丁二酮肟镍换算为氨基磺酸镍的系数。

取两次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 0.20 %。

4.2.2 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)络合滴定法

4.2.2.1 原理

在碱性介质中,以紫脲酸铵为指示剂,用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液滴定镍,至溶液呈红紫色为终点。

4.2.2.2 试剂

4.2.2.2.1 氨-氯化铵缓冲溶液甲:pH≈10。

4.2.2.2.2 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})=0.05\text{ mol/L}$ 。

4.2.2.2.3 紫脲酸铵指示剂。

4.2.2.3 分析步骤

称取约5 g试样,精确至0.000 1 g,置于100 mL烧杯中,加40 mL水溶解,移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

量取10.00 mL上述试液,置于250 mL锥形瓶中,加水至约80 mL,加入10 mL氨-氯化铵缓冲溶液甲(4.2.2.2.1)、0.2 g紫脲酸铵指示剂(4.2.2.2.3),用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液(4.2.2.2.2)进行滴定,近终点时缓慢滴定,溶液由黄色变为红紫色即为终点。

4.2.2.4 结果计算

氨基磺酸镍 $[\text{Ni}(\text{NH}_2\text{SO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 的质量分数 w_2 ,数值以%表示,按公式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(V/1\,000)cM}{m} \times 100 = \frac{VcM}{10m} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V ——滴定消耗乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液(4.2.2.2.2)的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——氨基磺酸镍 $[\text{Ni}(\text{NH}_2\text{SO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=322.93$);

m ——分取试料的质量的数值,单位为克(g)。

取两次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0.20%。

4.3 钴质量分数的测定

4.3.1 原理

处于气态的被测元素基态原子对该元素的原子共振辐射有强烈的吸收作用,基态钴原子对作为锐线光源的钴的空心阴极灯所辐射的单色光产生吸收,在一定浓度范围内,其吸光度与试液中该元素的浓度成正比。试液中的镍对钴的测定不干扰。

4.3.2 试剂

4.3.2.1 盐酸溶液:1+1。

4.3.2.2 钴(Co)标准贮备溶液:1 mg/mL。

4.3.2.3 钴(Co)标准溶液:20 μg/mL。

量取2.00 mL钴标准贮备溶液(4.3.2.2)置于100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液使用时配制。

4.3.3 仪器

原子吸收分光光度计:配有钴空心阴极灯。

4.3.4 分析步骤

4.3.4.1 工作曲线的绘制

取五只100 mL容量瓶,分别加入钴标准溶液(4.3.2.3)0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL,各加入5 mL盐酸溶液(4.3.2.1),用水稀释至刻度,摇匀。

在原子吸收分光光度计上,按仪器工作条件,用空气-乙炔火焰,以不加入钴标准溶液的空白溶液调

零,于波长 240.7 nm 处测量溶液的吸光度。

以上述溶液中钴的质量为横坐标,对应的吸光度值为纵坐标,绘制工作曲线,或根据所得吸光度值计算出线性回归方程。

4.3.4.2 测定

称取约 1 g 试样,精确至 0.000 1 g,置于 100 mL 烧杯中,加 40 mL 水溶解,移入 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸溶液(4.3.2.1),用水稀释至刻度,摇匀。

在原子吸收分光光度计上,按仪器工作条件,用空气-乙炔火焰,以不加入钴标准溶液的空白溶液调零,于波长 240.7 nm 处测量溶液的吸光度。从工作曲线上查出或根据线性回归方程计算出被测溶液中钴的质量。

4.3.5 结果计算

钴(Co)的质量分数 w_3 ,数值以 % 表示,按公式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的或根据线性回归方程计算出的被测溶液中钴的质量的数值,单位为微克(μg);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

取两次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相对偏差不大于 25 %。

4.4 铜质量分数的测定

4.4.1 原理

处于气态的被测元素基态原子对该元素的原子共振辐射有强烈的吸收作用,基态铜原子对作为锐线光源的铜的空心阴极灯所辐射的单色光产生吸收,在一定浓度范围内,其吸光度与试液中该元素的浓度成正比。试液中的镍对铜的测定不干扰。

4.4.2 试剂

4.4.2.1 盐酸溶液:1+1。

4.4.2.2 铜(Cu)标准溶液:100 $\mu\text{g/mL}$ 。

4.4.3 仪器

原子吸收分光光度计;配有铜空心阴极灯。

4.4.4 分析步骤

4.4.4.1 工作曲线的绘制

取五只 100 mL 容量瓶,分别加入铜标准溶液(4.4.2.2)0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL,各加入 5 mL 盐酸溶液(4.4.2.1),用水稀释至刻度,摇匀。

在原子吸收分光光度计上,按仪器工作条件,用空气-乙炔火焰,以不加入铜标准溶液的空白溶液调零,于波长 324.7 nm 处测量溶液的吸光度。

以上述溶液中铜的质量为横坐标,对应的吸光度值为纵坐标,绘制工作曲线,或根据所得吸光度值计算出线性回归方程。

4.4.4.2 测定

称取 5 g~10 g 试样,精确至 0.001 g,置于 100 mL 烧杯中,加 40 mL 水溶解,移入 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸溶液(4.4.2.1),用水稀释至刻度,摇匀。

在原子吸收分光光度计上,按仪器工作条件,用空气-乙炔火焰,以不加入铜标准溶液的空白溶液调零,于波长 324.7 nm 处测量溶液的吸光度。从工作曲线上查出或根据线性回归方程计算出被测溶液中铜的质量。

4.4.5 结果计算

铜(Cu)的质量分数 w_4 ,数值以%表示,按公式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的或根据线性回归方程计算出的被测溶液中铜的质量的数值,单位为微克(μg);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

取两次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允许相对偏差见表 2。

表 2

铜的质量分数/%	允许相对偏差/%
$<0.000\ 1$	≤ 50
$\geq 0.000\ 1$	≤ 30

4.5 铁质量分数的测定

4.5.1 原理

在 6 mol/L 的盐酸溶液中,用乙酸乙酯萃取溶液中的铁,用盐酸羟胺溶液反萃取,并将三价铁离子还原为二价铁离子,在 pH 值为 2~9 时,二价铁离子与 1,10-菲啰啉生成橙红色络合物。在最大吸收波长 510 nm 处,用分光光度计测量其吸光度。

4.5.2 试剂

4.5.2.1 盐酸。

4.5.2.2 乙酸乙酯。

4.5.2.3 盐酸溶液:1+1。

4.5.2.4 盐酸羟胺溶液:100 g/L。

4.5.2.5 乙酸铵溶液:200 g/L。

4.5.2.6 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液:50 g/L。

4.5.2.7 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:pH \approx 4.5。

4.5.2.8 1,10-菲啰啉溶液:1 g/L。

称取 0.10 g 1,10-菲啰啉,加少量水振摇至溶解,用水稀释至 100 mL,避光保存。

4.5.2.9 铁(Fe)标准贮备溶液:100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

4.5.2.10 铁(Fe)标准溶液:10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

量取 10.00 mL 铁标准贮备溶液(4.5.2.9)置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液使用时配制。

4.5.3 仪器

分光光度计:具有 510 nm 波长。

4.5.4 分析步骤

4.5.4.1 工作曲线的绘制

取五只 50 mL 容量瓶,分别加入铁标准溶液(4.5.2.10) 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL。对每只容量瓶中的溶液做下述处理:加水至约 20 mL,依次加入 1 mL 盐酸羟胺溶液(4.5.2.4)、10 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(4.5.2.7)、10 mL 1,10-菲啰啉溶液(4.5.2.8),用水稀释至刻度,摇匀,放置 15 min~30 min。

在分光光度计 510 nm 波长处,用 3 cm 吸收池,以不加铁标准溶液的空白溶液作参比,测量溶液的吸光度。

以上述溶液中铁的质量为横坐标,对应的吸光度值为纵坐标,绘制工作曲线,或根据所得吸光度值计算出线性回归方程。

4.5.4.2 测定

称取约 10 g 试样,精确至 0.001 g,置于 100 mL 烧杯中,加 40 mL 水溶解,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

量取 10.00 mL 上述试液,置于 125 mL 分液漏斗中,加 10 mL 盐酸(4.5.2.1)、20 mL 乙酸乙酯(4.5.2.2),振摇 1 min,静置分层后弃去水相。向有机相中加入 10 mL 盐酸溶液(4.5.2.3),振摇 1 min,静置分层后弃去水相。向有机相中加入 10 mL 盐酸羟胺溶液(4.5.2.4),振摇 1 min,静置分层后将水相移入 100 mL 烧杯中,加 5 mL 乙酸铵溶液(4.5.2.5)、1 mL 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液(4.5.2.6),摇匀后加热煮沸,取下,趁热加入 10 mL 1,10-菲罗啉溶液(4.5.2.8),冷却后移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

在分光光度计 510 nm 波长处,用 3 cm 吸收池,以不加铁标准溶液的空白溶液作参比,测量溶液的吸光度。

同时做空白试验。

4.5.5 结果计算

根据试液的吸光度值减去空白试验溶液的吸光度值所得的差值,从工作曲线上查得相应的铁的质量或用线性回归方程计算出铁的质量。

铁(Fe)的质量分数 w_5 ,数值以%表示,按公式(5)计算:

$$w_5 = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的或根据线性回归方程计算出的被测溶液中铁的质量的数值,单位为微克(μg);

m ——分取试料的质量的数值,单位为克(g)。

取两次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相对偏差不大于 35 %。

4.6 铅质量分数的测定

4.6.1 原理

用水溶解试料,在氯化铵存在条件下用氨水将铅与镉盐共沉淀分离富集铅,用稀盐酸溶解沉淀,然后在原子吸收分光光度计上,于波长 217.0 nm 处,用空气-乙炔火焰测定含铅溶液的吸光度。

4.6.2 试剂

4.6.2.1 氨水溶液:1+1。

4.6.2.2 氨水溶液:1+6。

4.6.2.3 盐酸溶液:1+15。

4.6.2.4 氯化镉溶液:250 g/L。

4.6.2.5 氯化铵溶液:200 g/L。

4.6.2.6 铅(Pb)标准贮备溶液:100 $\mu\text{g/mL}$ 。

4.6.2.7 铅(Pb)标准溶液:20 $\mu\text{g/mL}$ 。

量取 20.00 mL 铅标准贮备溶液(4.6.2.6)置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液使用时配制。

4.6.3 仪器

原子吸收分光光度计;配有铅空心阴极灯。

4.6.4 分析步骤

4.6.4.1 工作曲线的绘制

取五只 50 mL 容量瓶,分别加入铅标准溶液(4.6.2.7) 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL,各加入 25 mL 盐酸溶液(4.6.2.3),用水稀释至刻度,摇匀。

在原子吸收分光光度计上,按仪器工作条件,用空气-乙炔火焰,以不加入铅标准溶液的空白溶液调零,于波长 217.0 nm 处测量溶液的吸光度。

以上述溶液中铅的质量为横坐标,对应的吸光度值为纵坐标,绘制工作曲线,或根据所得吸光度值计算出线性回归方程。

4.6.4.2 测定

称取约 5 g 试样,精确至 0.001 g,置于 100 mL 烧杯中,用 40 mL 热水溶解,加入 3 mL 氯化铜溶液(4.6.2.4)、15 mL 氯化铵溶液(4.6.2.5),冷却至室温,边摇动边滴加氨水溶液(4.6.2.1)到出现白色沉淀并过量 4 mL,放置 20 min,用中速定性滤纸过滤,用氨水溶液(4.6.2.2)洗涤沉淀及滤纸 3 次~5 次,滴加 15 mL~20 mL 盐酸溶液(4.6.2.3)溶解沉淀于 50 mL 容量瓶中,用盐酸溶液(4.6.2.3)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,按仪器工作条件,用空气-乙炔火焰,以不加入铅标准溶液的空白溶液调零,于波长 217.0 nm 处测量溶液的吸光度。

4.6.5 结果计算

根据试液的吸光度值减去空白试验溶液的吸光度值所得的差值,从工作曲线上查得相应的铅的质量或用线性回归方程计算出铅的质量。

铅(Pb)的质量分数 w_6 ,数值以%表示,按公式(6)计算:

$$w_6 = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的或根据线性回归方程计算出的被测溶液中铅的质量的数值,单位为微克(μg);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

取两次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允许相对偏差见表 3。

表 3

铅的质量分数/%	允许相对偏差/%
<0.000 1	≤50
≥0.000 1	≤30

4.7 锌质量分数的测定

4.7.1 原理

处于气态的被测元素基态原子对该元素的原子共振辐射有强烈的吸收作用,基态锌原子对作为锐线光源的锌的空心阴极灯所辐射的单色光产生吸收,在一定浓度范围内,其吸光度与试液中该元素的浓度成正比。试液中的镍对锌的测定不干扰。

4.7.2 试剂

4.7.2.1 盐酸溶液:1+1。

4.7.2.2 锌(Zn)标准贮备溶液:100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

4.7.2.3 锌(Zn)标准溶液:20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

量取 20.00 mL 锌标准贮备溶液(4.7.2.2)置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液使用时配制。

4.7.3 仪器

原子吸收分光光度计:配有锌空心阴极灯。

4.7.4 分析步骤

4.7.4.1 工作曲线的绘制

取五只 100 mL 容量瓶,分别加入锌标准溶液(4.7.2.3)0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL,各加入 5 mL 盐酸溶液(4.7.2.1),用水稀释至刻度,摇匀。

在原子吸收分光光度计上,按仪器工作条件,用空气-乙炔火焰,以不加入锌标准溶液的空白溶液调零,于波长 213.9 nm 处测量溶液的吸光度。

以上述溶液中锌的质量为横坐标,对应的吸光度值为纵坐标,绘制工作曲线,或根据所得吸光度值计算出线性回归方程。

4.7.4.2 测定

称取 1 g~5 g 试样,精确至 0.000 1 g,置于 100 mL 烧杯中,加 40 mL 水溶解,移入 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸溶液(4.7.2.1),用水稀释至刻度,摇匀。

在原子吸收分光光度计上,按仪器工作条件,用空气-乙炔火焰,以不加入锌标准溶液的空白溶液调零,于波长 213.9 nm 处测量溶液的吸光度。从工作曲线上查出或根据线性回归方程计算出被测溶液中锌的质量。

4.7.5 结果计算

锌(Zn)的质量分数 w_7 ,数值以%表示,按公式(7)计算:

$$w_7 = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (7)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的或根据线性回归方程计算出的被测溶液中锌的质量的数值,单位为微克(μg);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

取两次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相对偏差不大于 15 %。

4.8 水不溶物质量分数的测定

4.8.1 原理

试料用水溶解后,不溶性残渣经过滤、洗涤、干燥及称量,即可求出水不溶物的质量分数。

4.8.2 仪器

4.8.2.1 玻璃砂芯坩埚:4 号,容积 30 mL。

4.8.2.2 恒温鼓风干燥箱:能控制温度 105 °C~110 °C。

4.8.3 分析步骤

称取约 20 g 试样,精确至 0.01 g,置于 200 mL 烧杯中,加 100 mL 温水溶解,冷却至室温,然后用已于 105 °C~110 °C 干燥至恒重的玻璃砂芯坩埚(4.8.2.1)过滤,用 50 °C~70 °C 热水洗涤滤渣至滤液无色,将带有残渣的玻璃砂芯坩埚放入恒温鼓风干燥箱(4.8.2.2)内于 105 °C~110 °C 下干燥 1.5 h,取出放在干燥器中冷却至室温,称量。继续干燥、冷却、称量,直至恒重。

4.8.4 结果计算

水不溶物的质量分数 w_8 ,数值以%表示,按公式(8)计算:

$$w_8 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (8)$$

式中:

m_2 ——玻璃砂芯坩埚和残渣的质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——玻璃砂芯坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

取两次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 0.004 %。

4.9 硫酸盐质量分数的测定

4.9.1 原理

在盐酸介质中,钡离子与硫酸根离子生成难溶的硫酸钡。当硫酸根离子含量较低时,在一定时间内硫酸钡呈悬浮体使溶液浑浊,不同浓度的硫酸钡悬浮体所呈的浊度不同,由此可用目视比浊法测定试液中硫酸盐的质量。

4.9.2 试剂

4.9.2.1 乙醇(95 %)。

4.9.2.2 盐酸溶液:1+1。

4.9.2.3 氯化钡溶液:250 g/L。

4.9.2.4 不含硫酸盐的氨基磺酸镍溶液:称取 5.0 g 试样,精确至 0.01 g,置于 100 mL 烧杯中,加 40 mL 水,搅拌至溶解,加 20 mL 乙醇(95 %)(4.9.2.1)、2 mL 盐酸溶液(4.9.2.2)、8 mL 氯化钡溶液(4.9.2.3),用水稀释至 100 mL,摇匀。放置 12 h~18 h,过滤,收集滤液。此溶液使用期不超过一个月,使用前过滤。

4.9.2.5 硫酸盐(以 SO_4^{2-} 计)标准溶液:100 $\mu\text{g/mL}$ 。

4.9.3 分析步骤

4.9.3.1 标准比浊溶液的制备

量取 0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL 硫酸盐标准溶液(4.9.2.5)分别置于 25 mL 比色管中,用水稀释至约 10 mL,加入不含硫酸盐的氨基磺酸镍溶液(4.9.2.4),其中对于优等品和一等品加入量为 4 mL,对于合格品加入量为 2 mL,再加入 5 mL 乙醇(95 %)(4.9.2.1)、1 mL 盐酸溶液(4.9.2.2)、2 mL 氯化钡溶液(4.9.2.3),用水稀释至刻度,摇匀,放置 10 min。

4.9.3.2 测定

对于优等品和一等品称取约 2 g 试样,对于合格品称取约 1 g 试样,精确至 0.001 g,置于 100 mL 烧杯中,加 40 mL 水溶解,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

量取 10.00 mL 上述试液,置于 25 mL 比色管中,加 5 mL 乙醇(95 %)(4.9.2.1)、1 mL 盐酸溶液(4.9.2.2)、2 mL 氯化钡溶液(4.9.2.3),用水稀释至刻度,摇匀,放置 10 min。

将试验溶液比色管和标准比浊溶液比色管同置于黑色背景上,在自然光下,自上向下观察,进行目视比浊,测得硫酸盐的质量。

4.9.4 结果计算

硫酸盐(以 SO_4^{2-} 计)的质量分数 w_9 ,数值以 % 表示,按公式(9)计算:

$$w_9 = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中:

m_1 ——被测溶液中硫酸盐的质量的数值,单位为微克(μg);

m ——分取试料的质量的数值,单位为克(g)。

4.10 氯化物质量分数的测定

4.10.1 原理

在硝酸介质中,氯离子与银离子生成难溶的氯化银。当氯离子含量较低时,在一定时间内氯化银呈悬浮体使溶液浑浊,不同浓度的氯化银悬浮体所呈的浊度不同,由此可用目视比浊法测定试液中氯化物的质量。

4.10.2 试剂

4.10.2.1 硝酸溶液:1+3。

4.10.2.2 硝酸银溶液:17 g/L。

4.10.2.3 不含氯化物的氨基磺酸镍溶液:称取 5.0 g 试样,置于 250 mL 烧杯中,加 40 mL 热水,搅拌至溶解,加 10 mL 硝酸溶液(4.10.2.1)、5 mL 硝酸银溶液(4.10.2.2),用水稀释至 100 mL,摇匀。放置 12 h~18 h,过滤,收集滤液。此溶液使用期不超过一个月,使用前过滤。

4.10.2.4 氯化物(以 Cl^- 计)标准贮备溶液:100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

4.10.2.5 氯化物(以 Cl^- 计)标准溶液:10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

量取 10.00 mL 氯化物标准贮备溶液(4.10.2.4)置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液使用时配制。

4.10.3 分析步骤

4.10.3.1 标准比浊溶液的制备

量取 0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 氯化物标准溶液(4.10.2.5)于 25 mL 比色管中,分别加入 4 mL 不含氯化物的氨基磺酸镍溶液(4.10.2.3)、1 mL 硝酸溶液(4.10.2.1)、1 mL 硝酸银溶液(4.10.2.2),用水稀释至刻度,摇匀,放置 10 min。

4.10.3.2 测定

称取约 2 g 试样,精确至 0.001 g,置于 100 mL 烧杯中,加 40 mL 水溶解,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

量取 10.00 mL 上述试液,置于 25 mL 比色管中,加 1 mL 硝酸溶液(4.10.2.1)、1 mL 硝酸银溶液(4.10.2.2),用水稀释至刻度,摇匀,放置 10 min。

将试验溶液比色管和标准比浊溶液比色管同置于黑色背景上,在自然光下,自上向下观察,进行目视比浊,测得氯化物的质量。

4.10.4 结果计算

氯化物(以 Cl^- 计)的质量分数 w_{10} ,数值以%表示,按公式(10)计算:

$$w_{10} = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (10)$$

式中:

m_1 ——被测溶液中氯化物的质量的数值,单位为微克(μg);

m ——分取试料的质量的数值,单位为克(g)。

5 检验规则

5.1 工业用氨基磺酸镍应由生产厂的质量监督检验部门负责按批检验,每批产品的批量不大于 5 t,生产厂应保证每批出厂的产品符合本标准的要求。每批出厂产品都应附有质量证明书,其内容包括:产品名称、产品等级、生产厂名、厂址、批号、本标准编号等。

5.2 使用单位有权按照本标准的规定对收到的工业用氨基磺酸镍进行验收,核准其质量指标是否符合本标准的要求,验收应在到货之日起的一个月内进行。当供需双方对产品质量发生异议时,应由有资质的检验机构仲裁检验。

5.3 检验用的样品,应随机采样。采样按 GB/T 6678 和 GB/T 6679 的规定进行。所取出样品的总量约为 2 kg,并混合均匀,然后用四分法缩分至约 500 g,立即装入两个清洁、干燥的磨口瓶中,瓶上应贴有标签,注明产品名称、生产厂名、批号、采样日期、采样者姓名等。一瓶用于检验,另一瓶作为保留样。

5.4 检验结果按 GB/T 8170 中规定的修约值比较法判定是否符合本标准。若检验结果有一项指标不符合本标准的要求,应重新自两倍量的包装中或取样点上取样复验,复验结果即使有一项指标不符合本标准的要求,则整批产品为不合格。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 工业用氨基磺酸镍的包装上应有明显、牢固的标志,内容包括:产品名称、产品等级、生产厂名、厂

址、商标、净含量、批号、本标准编号和符合 GB/T 191 规定的“怕雨”及“怕晒”标志。

6.2 工业用氨基磺酸镍采用下列包装方式：

- a) 袋装：内包装为聚乙烯塑料袋，外包装为复合塑料编织袋。内袋扎紧或热合封口，应严密不漏；外袋用维尼龙绳或其他质量相当的线缝口，缝线整齐，针距均匀，无漏缝或跳线现象。每袋净含量 25 kg。或根据用户要求包装。
- b) 桶装：内包装为聚乙烯塑料袋，外包装为纸板桶。内袋扎紧或热合封口，应严密不漏；外包装桶口应完全密封。每桶净含量 25 kg。或根据用户要求包装。
- c) 根据用户要求包装。

6.3 工业用氨基磺酸镍在运输过程中应有遮盖物，防止包装损坏、日晒雨淋。

6.4 工业用氨基磺酸镍应贮存于有顶盖的阴凉、干燥、通风良好的场所或仓库内，防止受潮、暴晒。

中华人民共和国

化工行业标准

工业用氨基磷酸镍

HG/T 4197—2011

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25千字

2012年6月北京第1版第1次印刷

书号:155025·1205

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