

ICS 71.040.30

G 65

备案号:23671~23682—2008

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4010~4021—2008

化学试剂
(2008)

2008-04-23 发布

2008-10-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

目 录

HG/T 4010—2008	化学试剂	百里香酚蓝	(1)
HG/T 4011—2008	化学试剂	百里香酚酞	(7)
HG/T 4012—2008	化学试剂	溴百里香酚蓝	(13)
HG/T 4013—2008	化学试剂	2,2'-联吡啶	(19)
HG/T 4014—2008	化学试剂	8-羟基喹啉	(27)
HG/T 4015—2008	化学试剂	酸碱指示剂 pH 变色域测定通用方法	(35)
HG/T 4016—2008	化学试剂	三水合二乙基二硫代氨基甲酸钠(铜试剂)	(49)
HG/T 4017—2008	化学试剂	溴甲酚绿	(57)
HG/T 4018—2008	化学试剂	1,10-菲咯啉	(65)
HG/T 4019—2008	化学试剂	间甲酚紫	(73)
HG/T 4020—2008	化学试剂	六水合硫酸镍(硫酸镍)	(81)
HG/T 4021—2008	化学试剂	偏重亚硫酸钠(焦亚硫酸钠)	(91)

ICS 71.040.30
G 62
备案号:23681—2008

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4020—2008

化学试剂 六水合硫酸镍(硫酸镍)

Chemical reagent—
Nickel sulfate hexahydrate

2008-04-23 发布

2008-10-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准由 GB/T 1287—1994《化学试剂 六水合硫酸镍》转化而成。

本标准与 GB/T 1287—1994 相比主要变化如下：

——增加了铜、铅火焰原子吸收光谱法的测定方法(1994 年版的 4.2.8、4.2.10,本版的 5.11、5.13)。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会化学试剂分会(SAC/TC63/SC3)归口。

本标准起草单位：汕头市西陇化工厂有限公司。

本标准主要起草人：余辣娇、袁爱国、王军波。

化 学 试 剂

六水合硫酸镍(硫酸镍)

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

相对分子质量: 262.85 (根据 2005 年国际相对原子质量)

1 范围

本标准规定了化学试剂 六水合硫酸镍的性状、规格、试验、检验规则和包装及标志。

本标准适用于化学试剂 六水合硫酸镍的检验。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

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 602—2002, neq ISO 6353-1 : 1982)

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002, neq ISO 6353-1 : 1982)

GB/T 3914—2008 化学试剂 阳极溶出伏安法通则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008, mod ISO 3696 : 1987)

GB/T 9723—2008 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则

GB/T 9738 化学试剂 水不溶物测定通用方法(GB/T 9738—2008, neq ISO 6353-1 : 1982)

GB 15346 化学试剂 包装及标志

HG/T 3921 化学试剂 采样及验收规则

3 性状

本试剂为绿色结晶,溶于水。

4 规格

六水合硫酸镍的规格见表 1。

表 1 六水合硫酸镍的规格

名 称	优 级 纯	分 析 纯	化 学 纯
NiSO ₄ · 6H ₂ O w/%	≥99.0	≥98.5	≥98.0
水不溶物 w/%	≤0.005	≤0.01	≤0.02
氯化物(Cl) w/%	≤0.001	≤0.001	≤0.005
硝酸盐(NO ₃) w/%	≤0.003	≤0.003	≤0.02
钠(Na) w/%	≤0.01	≤0.02	≤0.05
钙(Ca) w/%	≤0.005	≤0.02	≤0.1
铁(Fe) w/%	≤0.000 5	≤0.001	≤0.005
钴(Co) w/%	≤0.002	≤0.01	≤0.05
铜(Cu) w/%	≤0.001	≤0.002	≤0.005
锌(Zn) w/%	≤0.002	≤0.01	≤0.05
铅(Pb) w/%	≤0.001	≤0.002	≤0.005

5 试验

5.1 警告

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，一些试验过程可能导致危险情况，操作者应采取适当的安全和健康措施。

5.2 一般规定

本章中除另有规定外，所用标准滴定溶液、标准溶液、制剂及制品，均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备，实验用水应符合 GB/T 6682 中三级水规格，样品均按精确至 0.01 g 称量。本标准中所用溶液以“%”表示的均为质量分数。

5.3 含量

称取 0.5 g 样品，精确至 0.000 1 g，溶于 70 mL 水中，加 10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液甲(pH≈10)及 0.2 g 紫脲酸铵混合指示剂，摇匀，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液[c(EDTA)=0.05 mol/L]滴定至溶液呈蓝紫色。

六水合硫酸镍的质量分数 w，数值以“%”表示，按式(1)计算：

$$w = \frac{VcM}{m \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- V——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液体积，单位为毫升(mL)；
- 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)；
- M——六水合硫酸镍摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)[M(NiSO₄ · 6H₂O)=262.85]；
- m——样品质量，单位为克(g)。

5.4 水不溶物

称取 25 g 样品,溶于 100 mL 沸水中,冷却至室温,按 GB/T 9738 的规定测定。

5.5 氯化物

5.5.1 不含氯化物的六水合硫酸镍溶液的制备

称取 5 g 样品,溶于 100 mL 水中,加 10 mL 硝酸溶液(25 %),5 mL 硝酸银溶液(17 g/L),稀释至 125 mL,摇匀,放置 12 h~18 h,过滤。

5.5.2 测定方法

称取 1 g 样品,溶于 20 mL 水中(必要时过滤),加 2 mL 硝酸溶液(25 %)及 1 mL 硝酸银溶液(17 g/L),稀释至 25 mL,摇匀,放置 10 min。溶液所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取 25 mL 不含氯化物的六水合硫酸镍溶液及含下列数量的氯化物标准溶液:

优级纯、分析纯	0.01 mg Cl ₂
化学纯	0.05 mg Cl ₂

与同体积试液同时放置 10 min 比浊。

5.6 硝酸盐

称取 2 g 样品,溶于 40 mL 水中,加 10 mL 氢氧化钠溶液(100 g/L),加热至沸,冷却,稀释至 50 mL,过滤。取 10 mL,加 1 mL 氯化钠溶液(100 g/L)及 1 mL 靛蓝二磺酸钠溶液 [$c(\text{C}_{16}\text{H}_8\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8\text{S})=0.001 \text{ mol/L}$],在摇动下于 10 s~15 s 内加 10 mL 硫酸,放置 10 min。溶液所呈蓝色不得浅于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含下列数量的硝酸盐标准溶液:

优级纯、分析纯	0.012 mg NO ₃
化学纯	0.080 mg NO ₃

稀释至 10 mL,与同体积试液同时同样处理。

5.7 钠

按 GB/T 9723—2008 的规定测定。

5.7.1 仪器条件

光源:钠空心阴极灯;

波长:589.0 nm;

火焰:乙炔-空气。

5.7.2 测定方法

称取 1 g 样品,溶于水,稀释至 100 mL。取 10 mL(化学纯取 4 mL),共四份。按 GB/T 9723—2008 中 7.2.2 的规定测定,结果按 7.2.3 的规定计算。

5.8 钙

按 GB/T 9723—2008 的规定测定。

5.8.1 仪器条件

光源:钙空心阴极灯;

波长:422.7 nm;

火焰:乙炔-空气。

5.8.2 测定方法

称取 10 g 样品,溶于水,稀释至 100 mL。取 20 mL(分析纯取 5 mL、化学纯取 2 mL),共四份。按 GB/T 9723—2008 中 7.2.2 的规定测定,结果按 7.2.3 的规定计算。

5.9 铁

5.9.1 不含铁的六水合硫酸镍溶液的制备

称取 1.2 g 样品,溶于 60 mL 水中,加 1.5 mL 硝酸溶液(25 %)及 1 g 氯化铵,煮沸 2 min,滴加氨水溶液

(10 %)至溶液呈碱性,保温 1 h,过滤,滤液用硫酸溶液(20 %)中和至 pH 值为 4~5,稀释至 75 mL。

5.9.2 测定方法

称取 0.4 g 样品,溶于 60 mL 水中,加 0.5 mL 硝酸溶液(25 %),煮沸 2 min,冷却,稀释至 85 mL,加 1 mL 盐酸,5 mL 硫氰酸铵溶液(250 g/L),摇匀,用 10 mL 异戊醇萃取。有机层所呈红色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取 25 mL 不含铁的六水合硫酸镍溶液及含下列数量的铁标准溶液:

优级纯	0.002 mg Fe;
分析纯	0.004 mg Fe;
化学纯	0.020 mg Fe。

稀释至 60 mL,与同体积样品溶液同时同样处理。

5.10 钴

按 GB/T 9723—2008 的规定测定。

5.10.1 仪器条件

光源:钴空心阴极灯;
波长:240.7 nm;
火焰:乙炔-空气。

5.10.2 测定方法

称取 25 g 样品,溶于水,稀释至 100 mL。取 20 mL(分析纯取 4 mL、化学纯取 2 mL),共四份。按 GB/T 9723—2008 中 7.2.2 的规定测定,结果按 7.2.3 的规定计算。

5.11 铜

5.11.1 阳极溶出伏安法(仲裁法)

按 GB/T 3914—2008 的规定测定。

5.11.1.1 测定条件

预电解电位:−0.9 V;
扫描电位范围:−0.9 V~0.05 V;
溶出峰电位:−0.2 V。

5.11.1.2 测定方法

称取 0.5 g 样品,溶于 10 mL 盐酸溶液[$c(\text{HCl})=0.1\text{ mol/L}$]中。取 1 mL(化学纯取 0.2 mL),置于电解池中,加 40 mL 盐酸溶液[$c(\text{HCl})=0.1\text{ mol/L}$]。按 GB/T 3914—2008 中 7.2 的规定,从“通氮气除氧 10 min”开始,同时做空白试验。结果按 7.3 的规定计算。

5.11.2 火焰原子吸收光谱法

按 GB/T 9723—2008 的规定测定。

5.11.2.1 仪器条件

光源:铜空心阴极灯;
波长:324.8 nm;
火焰:乙炔-空气。

5.11.2.2 测定方法

称取 25 g 样品,溶于水,稀释至 100 mL。取 20 mL,共四份。按 GB/T 9723—2008 中 7.2.2 的规定测定,结果按 7.2.3 的规定计算。

5.12 锌

按 GB/T 9723—2008 的规定测定。

5.12.1 仪器条件

光源:锌空心阴极灯;

波长:213.9 nm;

火焰:乙炔-空气。

5.12.2 测定方法

称取 5 g 样品,溶于水,稀释至 100 mL。取 10 mL(分析纯取 4 mL、化学纯取 1 mL),共四份。按 GB/T 9723—2008 中 7.2.2 的规定测定,结果按 7.2.3 的规定计算。

5.13 铅

5.13.1 阳极溶出伏安法(仲裁法)

按 GB/T 3914—2008 的规定测定。

5.13.1.1 测定条件

预电解电位:—0.9 V;

扫描电位范围:—0.9 V~0.05 V;

溶出峰电位:—0.5 V。

5.13.1.2 测定方法

同 5.11.1.2。

5.13.2 火焰原子吸收光谱法

按 GB/T 9732—2008 的规定测定。

5.13.2.1 仪器条件

光源:铅空心阴极灯;

波长:283.3 nm;

火焰:乙炔-空气。

5.13.2.2 测定方法

同 5.11.2.2。

6 检验规则

按 HG/T 3921 的规定进行采样及验收。

7 包装及标志

按 GB 15346 的规定进行包装、贮存与运输,并给出标志,其中:

包装单位:第 4 类;

内包装形式:NB-4、NBY-4、NB-5、NBY-5、NB-7、NBY-7、NB-8、NBY-8、NB-10、NBY-10、NB-11、NBY-11、NB-13、NBY-13、NB-15、NBY-15;

隔离材料:GC-2、GC-3、GC-4;

外包装形式:WB-1、WB-2、WB-3。
