

ICS 71.060.50
G 12
备案号:27342—2010

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2824—2009

代替 HG/T 2824—1997

工业硫酸镍

Nickel sulfate for industrial use

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准代替 HG/T 2824—1997《工业硫酸镍》。

本标准与 HG/T 2824—1997 相比主要技术差异如下：

- 取消Ⅰ类产品中合格品等级(1997年版的4.2,本版的5.2)；
- 对镍、钴、锌、铁、铜、铅、钙、镁及水不溶物指标进行了调整(1997年版的4.2,本版的5.2)；
- 删除硝酸盐、铵沉淀物、氨、氯化物四项指标(1997年版的4.2)；
- 增加钠、锰、镉、汞、总铬五项指标(本版的5.2)；
- 镍含量的测定增设络合滴定法,并将重量法设置为仲裁法(本版的6.4)；
- 钴含量的测定增设了原子吸收光谱法,并将分光光度法设置为仲裁法(本版的6.5)；
- 铁含量的测定增设了原子吸收光谱法,并将分光光度法设置为仲裁法(本版的6.7)；
- 将铅含量的测定方法更改为石墨炉原子吸收分光光度法(本版的6.9)；
- 增加钠含量、锰含量、镉含量、汞含量、铬含量的测定分析方法(本版的6.8、6.13、6.14、6.15、6.16)；
- 删除硝酸盐含量、铵沉淀物含量、氨含量、氯化物含量的测定分析方法(1997年版的6.11、6.13、6.14、6.15)。

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无机化工分会(SAC/TC63/SC1)归口。

本标准起草单位：中科铜都粉体新材料股份有限公司、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：欧阳准、姚学慧、王莹、刘幽若、国兴彬。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 6329—1986；
- HG/T 2768—1996。

工业硫酸镍

1 范围

本标准规定了工业硫酸镍的分类、要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。
本标准适用于工业硫酸镍。该产品主要用于镀镍、制造蓄电池及其他工业的原料。

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 191—2008 包装储运图示标志(mod ISO 780 : 1997)

GB/T 3049—2006 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲啰啉分光光度法(idt ISO 6685 : 1982)

GB/T 3051—2000 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 汞量法

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(mod ISO 3696 : 1987)

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

分子式： $x\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O} \cdot y\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

4 分类

工业硫酸镍分为两类：Ⅰ类主要用于镀镍及其他工业用；Ⅱ类主要用于蓄电池的生产。

5 要求

5.1 外观：翠绿色颗粒状结晶体。

5.2 工业硫酸镍应符合表1的要求。

表 1

项目	指 标			
	I 类		II 类	
	优等品	一等品	优等品	一等品
镍(Ni)w%	≥22.2	21.5	21.8	21.5
钴(Co)w%	≤0.050	0.10	0.40	0.40
铜(Cu)w%	≤0.001 0	0.002 0	0.001 5	0.001 5
铁(Fe)w%	≤0.001 0	0.002 0	0.001 5	0.003 0
钠(Na)w%	≤0.020	0.030	0.020	0.030
铅(Pb)w%	≤0.001 0	0.002 0	0.001 0	0.002 0
锌(Zn)w%	≤0.001 0	0.002 0	0.001 0	0.002 0
钙(Ca)w%	≤0.010	0.020	0.010	0.020
镁(Mg)w%	≤0.010	0.020	0.010	0.020
锰(Mn)w%	≤0.003 0	0.005 0	0.003 0	0.005 0
镉(Cd)w%	≤0.000 3	0.000 5	0.000 3	0.000 5
汞(Hg)w%	≤0.001 0	0.001	—	—
总铬(Cr)w%	≤0.001 0	0.001	—	—
水不溶物 w%	≤0.010	0.020	0.010	0.020

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,操作者须小心谨慎!如溅到皮肤上或眼睛上应立即用水冲洗,严重者应立即就医。使用易燃品时,严禁使用明火加热。

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。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 的规定制备。

6.3 外观检验

在自然光下,用目视法判定外观。

6.4 镍含量的测定

6.4.1 重量法(仲裁法)

6.4.1.1 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。

6.4.1.2 试剂

6.4.1.2.1 乙醇溶液:1+4;

6.4.1.2.2 盐酸溶液:1+1;

6.4.1.2.3 氨水溶液:1+1;

- 6.4.1.2.4 氯化铵溶液:200 g/L;
 6.4.1.2.5 酒石酸溶液:200 g/L;
 6.4.1.2.6 二甲基乙二醛肟乙醇溶液:10 g/L。

6.4.1.3 仪器

玻璃砂坩埚:孔径 5 μm ~15 μm 。

6.4.1.4 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 $^{\circ}\text{C}$ ~80 $^{\circ}\text{C}$ 时,在不断搅拌下缓慢加入 30 mL 二甲基乙二醛肟溶液,滴加氨水溶液调节溶液 pH 值为 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。

6.4.1.5 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:

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

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,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.05 %。

6.4.2 络合滴定法

6.4.2.1 方法提要

试样用酸分解,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 的氨性溶液中,以紫尿酸铵为指示剂,用 EDTA 标准滴定溶液滴定至溶液呈紫红色为终点。

6.4.2.2 试剂

- 6.4.2.2.1 氯化铵;
 6.4.2.2.2 盐酸溶液:1+1;
 6.4.2.2.3 氨水溶液:1+1;
 6.4.2.2.4 硝酸溶液:1+1;
 6.4.2.2.5 酒石酸钾钠溶液:150 g/L;
 6.4.2.2.6 硫代硫酸钠溶液:500 g/L;
 6.4.2.2.7 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液: $c(\text{EDTA}) \approx 0.02 \text{ mol/L}$;
 6.4.2.2.8 紫尿酸铵指示剂:1 g 紫尿酸铵与 105 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$ 干燥 2 h 的 100 g 氯化钠在研钵中混匀研细。

6.4.2.3 分析步骤

6.4.2.3.1 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(1+1)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。

6.4.2.3.2 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 紫尿酸铵指示剂,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。

6.4.2.4 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:

$$w_1 = \frac{cV \times 10^{-3} \times M}{m \times \frac{25}{250}} \times 100 - 0.996w_2 \dots\dots\dots (2)$$

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 ——试样质量的数值,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 6.5 测得的钴的质量分数,数值以%表示;

0.996——钴的质量换算为镍质量分数的系数。

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 %。

6.5 钴含量的测定

6.5.1 分光光度法(仲裁法)

6.5.1.1 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。

6.5.1.2 试剂

6.5.1.2.1 乙酸钠溶液:300 g/L。

6.5.1.2.2 硝酸溶液:1+1。

6.5.1.2.3 盐酸溶液:1+1。

6.5.1.2.4 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。

6.5.1.2.5 1-亚硝基-2-萘酚-3,6-二磺酸钠(亚硝基 R 盐)溶液:5 g/L。

6.5.1.3 仪器设备

分光光度计:带 1 cm 的吸收池。

6.5.1.4 分析步骤

6.5.1.4.1 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。转移至 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。

6.5.1.4.2 试样溶液和空白试验溶液的制备

称取约 1 g 试样,精确至 0.001 g,置于 250 mL 烧杯中,加入 2 mL 盐酸溶液、50 mL 水,加热至试样溶解,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

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,并与试样

同时同样处理。

6.5.1.4.3 测定

用移液管移取Ⅰ类优等品 10 mL、Ⅰ类一等品 5 mL、Ⅱ类 2 mL 试验溶液和相应量的空白试验溶液,分别置于 250 mL 烧杯中,在空白试验溶液中加入 5 mL 试验溶液。以下按 6.5.1.4.1 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钴的质量。

6.5.1.5 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:

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

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质量的数值,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优等品不大于 0.005 %,一等品不大于 0.02 %。

6.5.2 原子吸收光谱法

6.5.2.1 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。

6.5.2.2 试剂

- 6.5.2.2.1 盐酸溶液:1+1;
- 6.5.2.2.2 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。

6.5.2.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计:配有钴空心阴极灯。

6.5.2.4 分析步骤

6.5.2.4.1 试验溶液的制备

称取约 5 g 试样,精确至 0.01 g,置于烧杯中,加水溶解后,转移至 100 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。

6.5.2.4.2 工作曲线的绘制

于 3 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,于波长 240.7 nm 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,以各溶液钴的浓度(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的钴的浓度(mg/mL)。

表 2

编 号	1	2	3
试验溶液体积/mL	10	10	10
钴标准溶液体积/mL	0	2.00	4.00
工作曲线溶液钴的浓度/(mg/mL)	0	2.00×10^{-3}	4.00×10^{-3}

6.5.2.5 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:

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

式中:

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

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,两次平行测定结果的绝对差值优等品不大于 0.000 3 %,一等品不大于 0.05 %。

6.6 铜含量的测定

6.6.1 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。

6.6.2 试剂

6.6.2.1 盐酸溶液:1+1。

6.6.2.2 铜标准溶液:1 mL 溶液含铜(Cu)0.1 mg。

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。此溶液使用时现配。

6.6.2.3 乙炔:高纯。

6.6.3 仪器设备

原子吸收分光光度计:配有铜空心阴极灯。

6.6.4 分析步骤

6.6.4.1 试验溶液和空白试验溶液的制备

称取约 50 g 试样,精确至 0.01 g,置于 400 mL 烧杯中,加入 5 mL 盐酸溶液,加水溶解后,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。此溶液为试验溶液 A,用于铜含量、铁含量、钠含量、锌含量、钙含量、镁含量、镉含量的测定。

同时制备空白试验溶液:除不加试样外,其他加入的试剂量与试样溶液的制备完全相同,并与试样同时同样处理。

6.6.4.2 测定

于 5 个 100 mL 容量瓶中,按表 3 分别移取试验溶液 A 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,以铜空心阴极灯为电源,测定各溶液的吸光度,以各工作曲线溶液的铜的浓度(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的铜的浓度。

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
工作曲线溶液铜的浓度/(mg/mL)	0	1.00×10^{-3}	2.00×10^{-3}	3.00×10^{-3}

6.6.5 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:

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

式中:

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

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,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 2 %。

6.7 铁含量的测定

6.7.1 邻菲罗啉分光光度法(仲裁法)

6.7.1.1 方法提要

同 GB/T 3049—2006 第 3 章。

6.7.1.2 试剂

同 GB/T 3049—2006 第 4 章。

6.7.1.3 仪器设备

同 GB/T 3049—2006 第 5 章。

6.7.1.4 分析步骤

6.7.1.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—2006 第 6.3 条操作,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。

6.7.1.4.2 测定

用移液管移取 25 mL 试验溶液 A 和空白试验溶液(6.6.4.1),分别置于 125 mL 分液漏斗中,加 40 mL 盐酸、10 mL 4-甲基戊酮-(2),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 第 6.4 条操作。根据吸光度从工作曲线查出试验溶液和空白试验溶液中铁的质量。

6.7.1.5 结果计算

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w_4 计,数值以%表示,按式(6)计算:

$$w_4 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times \frac{25}{500}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

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 ——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,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 2 %。

6.7.2 原子吸收光谱法

6.7.2.1 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,工作曲线法测定溶液中的铁含量。

6.7.2.2 试剂

铁标准溶液:1 mL 溶液含铁(Fe)0.1 mg。

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。

6.7.2.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计:配有铁空心阴极灯。

6.7.2.4 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(6.6.4.1)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,在波长 248.7 nm 下,用水调零,测量上述各溶液的吸光度,以各工作曲线溶液的铁的浓度(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的铁的浓度。

表 4

容量瓶编号	1	2	3	4
试样溶液 A(6.6.4.1)体积/mL	10	10	10	10
铁标准溶液体积/mL	0	0.5	1.0	1.5
工作曲线溶液铁的浓度/(mg/mL)	0	5.0×10^{-4}	1.0×10^{-3}	1.5×10^{-3}

6.7.2.5 结果计算

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w_4 计,数值以%表示,按式(7)计算:

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

式中:

c ——从工作曲线上查得测量溶液的铁的浓度的数值,单位为毫克每毫升(mg/mL);

m ——6.6.4.1 条中称取试样质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 3 %。

6.8 钠含量的测定

6.8.1 方法提要

用水溶解试样,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。

6.8.2 试剂

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。

6.8.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计:配有钠空心阴极灯。

6.8.4 分析步骤

分别移取 1 mL 试验溶液 A(6.6.4.1),置于四个 100 mL 容量瓶中,分别加入 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 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,在波长 589.0 nm 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。

6.8.5 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:

$$w_5 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{\frac{m}{500}} \times 100 \dots\dots\dots (8)$$

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_0 ——从工作曲线上查得的空白试验溶液中钠的质量的数值，单位为毫克(mg)；

m ——6.6.4.1 条中称取试样质量的数值，单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.002 %。

6.9 铅含量的测定

6.9.1 石墨炉原子吸收分光光度法(仲裁法)

6.9.1.1 方法提要

在酸性条件下，采用石墨炉-原子吸收分光光度法，在 283.3 nm 波长下测定溶液的铅含量。

6.9.1.2 试剂

6.9.1.2.1 铅标准溶液贮备液：1 mL 溶液含铅(Pb)0.1 mg。

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。

6.9.1.2.2 铅标准溶液：1 mL 溶液含铅(Pb)0.001 mg。

用移液管移取 1 mL 上述铅标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。此溶液使用时现配。

6.9.1.3 仪器

石墨炉-原子吸收分光光度计。

6.9.1.4 分析步骤

6.9.1.4.1 工作曲线的绘制

于 4 个 100 mL 容量瓶中，按表 5 分别移取铅标准溶液(6.9.1.2.2)，用水稀释至刻度，摇匀。用石墨炉-原子吸收分光光度计，在 283.3 nm 处测定其吸光度。用水调零，测定各溶液的吸光度，以各工作曲线溶液的铅的浓度(mg/mL)为横坐标，对应的吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

表 5

容量瓶编号	1	2	3	4
铅标准溶液体积/mL	0	2.0	4.0	6.0
工作曲线溶液铅的浓度/(mg/mL)	0	2×10^{-5}	4×10^{-5}	6×10^{-5}

6.9.1.4.2 测定

移取 5.0 mL 试验溶液 A(6.6.4.1)，溶于 100 mL 容量瓶中，与工作曲线测定相同工作条件下测定试验溶液和空白试验溶液的吸光度，根据工作曲线查出铅的浓度。

6.9.1.5 结果计算

铅含量以铅(Pb)的质量分数 w_6 计，数值以 % 表示，按式(9)计算：

$$w_6 = \frac{c \times 100 \times 10^{-3}}{m \times \frac{5}{500}} \times 100 \dots\dots\dots (9)$$

式中：

c ——从工作曲线上查得测量溶液的铅的浓度的数值，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

m ——6.6.4.1 条中称取试样质量的数值，单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 3 %。

6.9.2 电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP)

6.9.2.1 方法提要

样品加盐酸溶解,使用电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定样品中的铅含量。

6.9.2.2 试剂

6.9.2.2.1 盐酸;

6.9.2.2.2 30 %过氧化氢;

6.9.2.2.3 氩气:纯度应大于 99.9 %。

6.9.2.3 仪器、设备

6.9.2.3.1 电磁搅拌器:带加热装置。

6.9.2.3.2 电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

a) 仪器的稳定性:仪器的短程稳定性 RSD 不大于 2.0 %;长期稳定性 RSD 不大于 4.0 %。

b) 仪器的检出限:代表元素检出限不大于 0.005 mg/L。

c) 校准工作曲线:回归曲线的线性相关系数,各元素的线性相关系数 $R \geq 0.99$ 。

6.9.2.4 分析步骤

6.9.2.4.1 试验溶液的制备

称取 2 g 试样,精确至 0.001 g,置于 250 mL 烧杯中。加入 50 mL 水、50 mL 盐酸、16 mL 过氧化氢,将电磁搅拌子放入烧杯中,盖上表面皿。置于电磁搅拌器上,打开磁力搅拌并加热溶液至 60 ℃,搅拌至试样溶解或不溶物的量保持不变。将溶液冷却至室温,转移溶液和不溶物至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。将溶液进行干过滤,弃去初滤液 20 mL,保留滤液即为试样溶液,用于测定。

6.9.2.4.2 工作曲线的绘制

分别按表 6 的要求移取铅标准溶液(6.9.1.2.2),置于四个 100 mL 容量瓶中。再分别用移液管加入 25 mL 试验溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

表 6

容量瓶编号	1	2	3	4
铅标准溶液体积/mL	0	2.0	4.0	6.0
工作曲线溶液铅的浓度/(mg/mL)	0	2×10^{-5}	4×10^{-5}	6×10^{-5}

在仪器最佳的测定条件下,在 283.3 nm 处利用标准加入法测定工作曲线中的光谱强度。以各工作曲线溶液的铅浓度为横坐标,相应的光谱强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铅浓度。

6.9.2.5 结果计算

铅含量以铅(Pb)的质量分数 w_6 计,数值以 % 表示,按式(10)计算:

$$w_6 = \frac{c \times 100 \times 10^{-3}}{m \times \frac{25}{250}} \times 100 \dots\dots\dots (10)$$

式中:

c ——由工作曲线得出的被测溶液中铅的浓度的数值,单位为毫克每毫升(mg/mL);

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,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 3 %。

6.10 锌含量的测定

6.10.1 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。

6.10.2 试剂

6.10.2.1 盐酸溶液:1+1。

6.10.2.2 锌标准贮备溶液: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。

6.10.2.3 锌标准溶液:1 mL 溶液含锌(Zn)0.01 mg。

用移液管移取 10 mL 锌标准贮备溶液,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。

6.10.3 仪器设备

原子吸收分光光度计:配有锌空心阴极灯。

6.10.4 分析步骤

于 4 个 100 mL 容量瓶中,按表 7 分别移取试验溶液 A(6.6.4.1)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,在波长 213.9 nm 下,用水调零,测量上述各溶液的吸光度,以各工作曲线溶液的锌的浓度(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的锌浓度。

表 7

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

6.10.5 结果计算

锌含量以锌(Zn)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(11)计算:

$$w_1 = \frac{c \times 100 \times 10^{-3}}{m \times \frac{10}{500}} \times 100 \dots\dots\dots (11)$$

式中:

c ——从工作曲线上查得测量溶液的锌的浓度的数值,单位为毫克每毫升(mg/mL);

m ——6.6.4.1 条中称取的试样质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 3 %。

6.11 钙含量的测定

6.11.1 方法提要

用水溶解试样,加入镧盐作释放剂,采用标准加入法,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。

6.11.2 试剂

6.11.2.1 盐酸溶液:1+1。

6.11.2.2 氯化镧溶液:1 mL 溶液含镧(La)10 mg;

称取 2.5 g 氯化镧(LaCl₃·6H₂O),溶于水中,稀释至 100 mL。

6.11.2.3 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。

6.11.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计:配有钙空心阴极灯。

6.11.4 分析步骤

在4个100 mL容量瓶中,用移液管分别加入0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL钙标准溶液,各加入10 mL试验溶液、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的钙浓度。

6.11.5 结果计算

钙含量以钙(Ca)的质量分数 w_8 计,数值以%表示,按式(12)计算:

$$w_8 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times \frac{20}{500}} \times 100 \dots\dots\dots (12)$$

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 ——6.6.4.1条中称取试样质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于0.001 %。

6.12 镁含量的测定

6.12.1 方法提要

用水溶解试样,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。

6.12.2 试剂和材料

镁标准溶液:1 mL溶液含镁(Mg)0.01 mg;

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。

6.12.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计:配有镁空心阴极灯。

6.12.4 分析步骤

分别移取2 mL试验溶液A(6.6.4.1),置于4个100 mL容量瓶中,按表8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,以镁空心阴极灯为光源,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浓度。

表 8

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	3.00	5.00
工作曲线溶液镁的浓度/(mg/mL)	0	2×10^{-3}	6×10^{-3}	1×10^{-2}

6.12.5 结果计算

镁含量以镁(Mg)的质量分数 w_9 计,数值以%表示,按式(13)计算

$$w_9 = \frac{c \times 100 \times 10^{-3}}{m \times \frac{2}{500}} \times 100 \dots\dots\dots (13)$$

式中：

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

m ——6.6.4.1 条中称取试样质量的数值，单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 3 %。

6.13 锰含量的测定

6.13.1 方法提要

在酸性条件下，用原子吸收分光光度计于 279.5 nm 波长处，用空气-乙炔火焰，标准加入法测定溶液中的锰含量。

6.13.2 试剂

6.13.2.1 盐酸溶液：1+1；

6.13.2.2 氯化锶溶液：30 g/L；

6.13.2.3 氯化铵溶液：20 g/L；

6.13.2.4 锰标准溶液：1 mL 溶液含锰(Mn)0.1 mg。

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。此溶液使用时现配。

6.13.3 仪器设备

原子吸收分光光度计：配有锰空心阴极灯。

6.13.4 分析步骤

于 4 个 100 mL 容量瓶中，按表 9 分别移取试验溶液 A(6.6.4.1)和锰标准溶液，再分别加入 5 mL 氯化锶溶液、10 mL 氯化铵溶液和 0.5 mL 盐酸溶液，摇匀后用水稀释至刻度，摇匀。用原子吸收分光光度计，以锰空心阴极灯为光源，用空气-乙炔火焰，在波长 279.5 nm 下，用水调零，测定各溶液的吸光度，以各工作曲线溶液中锰的浓度(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的锰浓度。

表 9

容量瓶编号	1	2	3	4
试样溶液体积/mL	10	10	10	10
锰标准溶液体积/mL	0	0.5	1.0	1.5
工作曲线溶液锰的浓度/(mg/mL)	0	5.0×10^{-4}	1.0×10^{-3}	1.5×10^{-3}

6.13.5 结果计算

锰含量以锰(Mn)的质量分数 w_{10} 计，数值以 % 表示，按式(14)计算：

$$w_{10} = \frac{c \times 100 \times 10^{-3}}{m \times \frac{10}{500}} \times 100 \dots\dots\dots (14)$$

式中：

c ——从工作曲线上查得测量溶液中锰的浓度的数值，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

m ——6.6.4.1 条中称取试样质量的数值，单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 2 %。

6.14 镉含量的测定

6.14.1 方法提要

在酸性条件下，采用原子吸收分光光度法，在 228.8 nm 波长下，用空气-乙炔火焰，标准加入法测定溶液中的镉含量。

6.14.2 试剂

镉标准溶液溶液: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。此溶液使用时现配。

6.14.3 仪器设备

原子吸收分光光度计:配有镉空心阴极灯。

6.14.4 分析步骤

于 4 个 100 mL 容量瓶中,按表 10 分别移取试验溶液 A(6.6.4.1)和镉标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀。用原子吸收分光光度计,以镉空心阴极灯为光源,用空气-乙炔火焰,在波长 228.8 nm 下,用水调零,测定各溶液的吸光度,以各工作曲线溶液的镉的浓度(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的镉浓度。

表 10

容量瓶编号	1	2	3	4
试样溶液体积/mL	20	20	20	20
镉标准溶液体积/mL	0	2.00	4.00	6.00
工作曲线溶液镉的浓度/(mg/mL)	0	2.0×10^{-4}	4.0×10^{-4}	6.0×10^{-4}

6.14.5 结果计算

镉含量以镉(Cd)的质量分数 w_{11} 计,数值以 % 表示,按式(15)计算:

$$w_{11} = \frac{c \times 100 \times 10^{-3}}{m \times \frac{20}{500}} \times 100 \dots\dots\dots (15)$$

式中:

c ——从工作曲线上查得测量溶液的镉的浓度的数值,单位为毫克每毫升(mg/mL);

m ——6.6.4.1 条中称取试样质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 1 %。

6.15 汞含量的测定

6.15.1 方法提要

试样中的汞氧化成二价汞离子。过量的氧化剂用盐酸羟胺还原,二价汞离子由氯化亚锡还原成汞,用空气或氮气作载气携带汞蒸气通过测量池。用原子吸收分光光度计或紫外吸收式测汞仪,在 253.7 nm 波长处测定其吸光度。

6.15.2 试剂

6.15.2.1 盐酸溶液:1+99。

6.15.2.2 碘溶液:2.5 g/L。

6.15.2.3 氯化亚锡盐酸溶液:100 g/L。

称取 25 g 氯化亚锡,溶于 50 mL 热的浓盐酸中,冷却后移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

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

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,用水稀释至刻度,摇匀。

6.15.2.5 汞标准溶液:1 mL 溶液含汞(Hg)0.001 mg。

用移液管移取 1 mL 汞标准贮备液,置于 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。此溶液使用时现配。

6.15.3 仪器

6.15.3.1 原子吸收分光光度计:具低压汞灯或空心阴极灯。

6.15.3.2 快速响应记录仪。

6.15.4 分析步骤

6.15.4.1 工作曲线的绘制

取4个100 mL容量瓶,用移液管分别加入0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL汞标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀。将工作曲线溶液依次吸入氢化物发生器(或等效的装置),于253.7 nm波长处,以水调零,测出其吸光度。从各工作曲线溶液的吸光度减去试剂空白溶液的吸光度,以各溶液中汞的质量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

6.15.4.2 测定

称取4 g,精确至0.01 g,置于100 mL烧杯中,加水溶解,完全转移至100 mL容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

称取10 mL试验溶液到100 mL容量瓶中,按6.15.4.1中的规定从“吸入氢化物发生器……”开始进行操作,至测定溶液的吸光度。

收集滴定后的含汞溶液,按GB/T 3051—2000附录A统一处理。

6.15.5 结果计算

汞含量以汞(Hg)的质量分数 w_{12} 计,数值以%表示,按式(16)计算:

$$w_{12} = \frac{c \times 10^{-3}}{m \times \frac{10}{100}} \times 100 \dots\dots\dots (16)$$

式中:

c ——从工作曲线上查得测量溶液中汞的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——称取试样质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于0.001%。

6.16 总铬含量的测定

6.16.1 方法提要

在硫酸溶液中,以高锰酸钾氧化铬至六价,用碳酸钠沉淀出镍、铁、钴等离子。六价铬在硫酸溶液中与二苯碳酰二肼生成紫红色络合物,在波长540 nm下,用分光光度计测量其吸光度。

6.16.2 试剂

6.16.2.1 硫酸溶液:1+1。

6.16.2.2 高锰酸钾溶液:10 g/L。

6.16.2.3 碳酸钠溶液:200 g/L。

6.16.2.4 二苯碳酰二肼丙酮溶液:2.5 g/L。

称取0.25 g二苯碳酰二肼,溶于94 mL丙酮和6 mL冰醋酸中,贮存于棕色瓶中。

6.16.2.5 铬标准溶液:1 mL溶液含铬(Cr)0.001 mg。

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

6.16.3 仪器

分光光度计:配有3 cm吸收池。

6.16.4 分析步骤

6.16.4.1 工作曲线的绘制

在一组100 mL容量瓶中,加入0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL铬标准溶液。分别加入1 mL硫酸溶液,加水至约90 mL,加3 mL二苯碳酰二肼丙酮溶液,用水稀释至刻度,

摇匀。使用分光光度计,在 540 nm 波长下,用 3 cm 吸收池,以水为参比测量其吸光度。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。

6.16.4.2 试验溶液的制备

称取约 1 g 试样,精确至 0.01 g,置于 250 mL 烧杯中,加 1 mL 硫酸溶液、30 mL 水,溶解。加入 1 mL 高锰酸钾溶液,加热煮沸至二氧化锰全部沉淀。加水至约 90 mL,于搅拌下分次慢慢加入 30 mL 碳酸钠溶液,冷却至室温。移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.16.4.3 空白试验溶液的制备

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

6.16.4.4 测定

将试验溶液和空白试验溶液用双层中速滤纸干过滤,弃去最初滤液 20 mL,用移液管分别移取 50 mL 滤液,置于 100 mL 容量瓶中。用硫酸溶液调至中性,再过量 1 mL,加水至约 90 mL,加 3 mL 二苯碳酰二肼乙醇溶液,用水稀释至刻度,摇匀。使用分光光度计,在 540 nm 波长下,用 3 cm 吸收池,以水为参比,测量其吸光度。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)。

6.16.5 结果计算

铬含量以铬(Cr)的质量分数 w_{13} 计,数值以%表示,按式(17)计算:

$$w_{13} = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times \frac{50}{250}} \times 100 \dots\dots\dots (17)$$

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,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 2 %。

6.17 水不溶物含量的测定

6.17.1 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。

6.17.2 试剂

氯化钡溶液:10 g/L。

6.17.3 仪器、设备

- 6.17.3.1 玻璃砂坩埚:滤板孔径 5 μm ~15 μm ;
- 6.17.3.2 电热恒温干燥箱:能控制温度在 105 $^{\circ}\text{C}$ \pm 2 $^{\circ}\text{C}$ 。

6.17.4 分析步骤

称取约 20 g 试样,精确至 0.01 g,置于 500 mL 烧杯中。用 300 mL 水溶解,用已于 105 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚过滤,用水洗涤至滤液中无硫酸根为止(用氯化钡溶液检验),混匀,在 105 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定。

6.17.5 结果计算

水不溶物含量以质量分数 w_{14} 计,数值以%表示,按式(18)计算:

$$w_{14} = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (18)$$

式中:

- m_1 ——玻璃砂坩埚质量的数值,单位为克(g);
- m_2 ——玻璃砂坩埚和不溶物质量的数值,单位为克(g);
- m ——试样的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行结果的绝对差值不大于 0.002 %。

7 检验规则

7.1 本标准分出厂检验和型式检验。

7.1.1 本标准所有项目为型式检验项目,正常生产情况下每六个月进行一次型式检验。在下列情况下必须进行型式检验:

- a) 更新关键设备和生产工艺;
- 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。

7.1.2 本标准规定镍、钴、铁、铅、镉、总铬、水不溶物为出厂检验项目,应逐批检验。

7.2 生产企业用相同材料、基本相同的生产条件,连续生产或同一班组生产的工业硫酸镍为一批,每批产品不超过 60 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、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 生产厂应保证每批出厂的工业硫酸镍产品都符合本标准的要求。

7.5 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,复验结果有一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品为不合格。

7.6 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。

8 标志、标签

8.1 工业硫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、类别、等级、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。

8.2 每批出厂的工业硫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、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 工业硫酸镍采用双层包装。内包装为单层聚乙烯薄膜袋,外包装为塑料编织袋。每袋净含量为 25 kg。用户对包装有特殊要求时,可供需协商。

9.2 工业硫酸镍在运输过程中应有遮盖物,防止日晒、雨淋、受潮。不得与有毒有害物品混运。

9.3 工业硫酸镍应贮存在干燥库房中,防止雨淋、受潮、日晒。不得与有毒有害物品混贮。

9.4 工业硫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为 2 年。

中华人民共和国
化工行业标准
工业硫酸镍

HG/T 2824—2009

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)

北京云浩印刷有限责任公司印装

880mm×1230mm 1/16 印张1¼ 字数38千字

2010年6月北京第1版第1次印刷

书号:155025·0852

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:15.00元

版权所有 违者必究

www.bzxz.net

免费标准下载网