

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2824—20XX

HG/T 2824—2009

工业硫酸镍

Nickel sulfate for industrial use

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上

（征求意见稿）

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 HG/T 2824—2009《工业硫酸镍》，与 HG/T 2824—2009 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 更改了范围（见第 1 章，2009 年版的第 1 章）；
- 更改了分类（见第 5 章，2009 年版的第 4 章）；
- 更改了指标要求（见 6.2，2009 年版的 5.2）；
- 更改了钴、铜、铁、锰、锌、钙、镁、铬、镉、铅、钠、汞的测定方法（见 7.4、7.5、7.6，2009 年版的 6.5、6.6、6.7、6.8、6.9、6.10、6.11、6.12、6.13、6.14、6.15、6.16）；

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件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。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件 1986 年首次发布，1996 年第一次修订，2009 年第二次修订，本次为第三次修订。

工业硫酸镍

1 范围

本文件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、贮存。
本文件适用于工业硫酸镍。

注：该产品主要用于电镀工业、油脂加氢催化剂、医药工业催化剂、还原染料的媒染剂、金属着色剂以及其他工业镍盐的生产。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 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 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第1部分：标准滴定溶液的制备

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 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 分子式和相对分子质量

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

相对分子质量：262.86（按2018年国际相对原子质量）

5 分类

工业硫酸镍按用途分为两个类别。Ⅰ类：电镀工业用。Ⅱ类：其他化学工业用。

6 要求

- 6.1 外观：固体为翠绿色颗粒状结晶。
- 6.2 工业硫酸镍按本标准规定的试验方法检测应符合表 1 的规定。

表 1

项 目	指 标		
	I类	II类	
镍(Ni) w/%	≥	21.8	21.5
钴(Co) w/%	≤	0.005	0.40
铜(Cu) w/%	≤	0.0010	0.0015
铁(Fe) w/%	≤	0.0010	0.0030
锰(Mn) w/%	≤	0.002	0.0050
锌(Zn) w/%	≤	0.001	0.0020
钙(Ca) w/%	≤	0.010	0.020
镁(Mg) w/%	≤	0.010	0.020
镉(Cd) w/%	≤	0.0005	0.0005
铬(Cr) w/%	≤	0.0010	——
铅(Pb) w/%	≤	0.0010	0.0020
钠(Na) w/%	≤	0.050	0.050
汞(Hg) w %	≤	0.0010	——
水不溶物 w/%	≤	0.02	0.020

7 试验方法

警示：本试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性，操作时须小心谨慎！必要时，需在通风橱中进行。如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗，严重者应立即就医。

7.1 一般规定

本文件所用的试剂和水，在没有注明其它要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 表 1 中规定的三级水。试验中所用的标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂和制品，在没有注明其它规定时，均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2 和 HG/T 3696.3 的规定制备。

7.2 外观检验

在自然光下，于白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法判定外观。

7.3 镍含量的测定

7.3.1 重量法（仲裁法）

7.3.1.1 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，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。

7.3.1.2 试剂或材料

7.3.1.2.1 乙醇溶液：1+4。

7.3.1.2.2 盐酸溶液：1+1。

7.3.1.2.3 氨水溶液：1+1。

7.3.1.2.4 氯化铵溶液：200 g/L。

7.3.1.2.5 酒石酸溶液：200 g/L。

7.3.1.2.6 二甲基乙二醛肟乙醇溶液：10 g/L。

7.3.1.3 仪器设备

7.3.1.3.1 玻璃砂坩埚：5 μm～15 μm。

7.3.1.3.2 电热恒温干燥箱：温度能控制在 105 °C±2 °C。

7.3.1.4 试验步骤

称取约 2.0 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于 250 mL 烧杯中，加入 1 mL 盐酸溶液，50 mL 水，固体样加热至试样溶解，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 °C～80 °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 为 8～9（用精密 pH 试纸检验），再过量 1 mL～2 mL。在 70 °C～80 °C 下保温 30 min，用已于 105 °C±2 °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 °C±2 °C 干燥至质量恒定。

7.3.1.5 试验数据处理

镍含量以镍（Ni）的质量分数 w_1 计，按公式（1）计算：

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

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）；

m ——试料质量的数值，单位为克（g）；

0.2031——二甲基乙二醛肟镍换算为镍的系数。

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 0.05%。

7.3.2 络合滴定法

7.3.2.1 原理

试料用酸分解，用酒石酸钾钠、氟化铵、硫代硫酸钠掩蔽铜、铁、钙、镁等杂质，在 pH 为 8~9 的氨性溶液中，以紫脲酸铵为指示剂，用 EDTA 标准滴定溶液滴定至溶液呈紫红色为终点。

7.3.2.2 试剂或材料

7.3.2.2.1 氟化铵；

7.3.2.2.2 盐酸溶液：1+1。

7.3.2.2.3 氨水溶液：1+1。

7.3.2.2.4 硝酸溶液：1+1。

7.3.2.2.5 酒石酸钾钠溶液：150 g/L。

7.3.2.2.6 硫代硫酸钠溶液：500 g/L。

7.3.2.2.7 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液：c(EDTA)≈0.02 mol/L。

7.3.2.2.8 紫脲酸铵指示剂：1g 紫脲酸铵与 105℃~110℃干燥 2 h 的 100 g 氯化钠在研钵中混匀研细。

7.3.2.3 试验步骤

7.3.2.3.1 试验溶液的制备

称取约 1.0 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。

7.3.2.3.2 试验

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。

7.3.2.4 试验数据处理

镍含量以镍 (Ni) 的质量分数 w_1 计，按公式 (2) 计算：

$$w_1 = \frac{c \times V \times 10^{-3} \times M}{m \times 25/250} \times 100\% - 0.996w_i \dots\dots\dots (2)$$

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_i ——按 7.4 测得的钴的质量分数，数值以%表示；

0.996——钴换算为镍的系数。
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 0.1%。

7.4 钴、铜、铁、锰、锌、钙、镁、铬、镉、铅含量的测定

7.4.1 原理

在硝酸介质中，采用标准曲线法，用电感耦合等离子体发射光谱仪测定待测元素的含量。

7.4.2 试剂或材料

- 7.4.2.1 硝酸溶液：1+1。
- 7.4.2.2 镍基体溶液（钴、铜、铁、锰、锌、钙、镁、铬、镉、铅质量分数均不大于 0.000 2 %）：
 $\rho(\text{Ni}) \approx 20 \text{ g/L}$ 。称取约 20 g 金属镍（镍质量分数不小于 99.99 %），精确至 0.01 g，置于 400 mL 烧杯中，加少量水润湿，缓缓加 150 mL 硝酸溶液，加热至全部溶解，冷却室温后，移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。
- 7.4.2.3 钴、铜、铁、锰、锌、钙、镁、铬、镉、铅混合标准溶液：1 mL 含钴（Co）、铜（Cu）、铁（Fe）、锰（Mn）、锌（Zn）、钙（Ca）、镁（Mg）、铬（Cr）、镉（Cd）、0.01 mg 含铅（Pb）0.05 mg。用移液管分别移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的钴、铜、铁、锰、锌、钙、镁、铬、镉、铅标准溶液和 5 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铅标准溶液，置于同一个 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液现用现配。
- 7.4.2.4 水：符合 GB/T 6682 中规定的二级水。

7.4.3 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪。

7.4.4 试验步骤

7.4.4.1 标准曲线的绘制

用移液管分别移取 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL 混合标准溶液，置于 6 个 100 mL 容量瓶中，再分别加 10 mL 镍基体溶液、2 mL 硝酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

将电感耦合等离子体发射光谱仪调至最佳工作条件，以标准空白溶液调零，于表 2 中给出的各待测元素测定波长处，测定其标准溶液的光谱强度。以每个标准溶液中待测元素的质量（mg）为横坐标，对应的光谱强度为纵坐标，分别绘制各待测元素标准曲线。

表1 待测元素测定波长

杂质元素	钴	铜	铁	锰	锌	钙	镁	铬	镉	铅
------	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---

测定波长/nm	228.615	324.75	259.94	257.61	206.20	396.85	279.55	267.72	214.44	283.30
---------	---------	--------	--------	--------	--------	--------	--------	--------	--------	--------

7.4.4.2 试验

称取 1.0 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于 100 mL 烧杯中，加适量水搅拌使其全部溶解，加 2 mL 硝酸溶液，全部转移至 100 mL 容量瓶中，加水至刻度，摇匀。

同时同样做空白试验，空白试验溶液除不加试样外，其他加入试剂的种类和量与试验溶液相同。

测定试验溶液中各待测元素的光谱强度，并根据测得的光谱强度，分别从标准曲线上查出相应的各待测元素的质量。

7.4.5 试验数据处理

待测元素含量以待测单质的质量分数 w_i 计，按公式 (3) 计算：

$$w_i = \frac{(m_i - m_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中：

m_i ——从标准曲线上查出的试验溶液中待测元素的质量的数值，单位为毫克 (mg)；

m_0 ——从标准曲线上查出的空白试验溶液中待测元素的质量的数值，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算术平均值的 10 %。

7.5 钠含量的测定

7.5.1 原理

在硝酸介质中，采用标准曲线法，用电感耦合等离子体发射光谱仪测定待钠含量。

7.5.2 试剂或材料

7.5.2.1 硝酸溶液：1+1。

7.5.2.2 钠标准溶液：1 mL 溶液含钠(Na)0.01 mg，用移液管移取 1mL 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。此溶液现用现配。

7.5.2.3 水：符合 GB/T 6682 中规定的二级水。

7.5.3 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪。

7.5.4 试验步骤

7.5.4.1 标准曲线的绘制

用移液管分别移取0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL钠标准溶液，置于7个100 mL容量瓶中，加10 mL镍基体溶液（见7.4.2.2）、2 mL硝酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。将电感耦合等离子体发射光谱仪调至最佳工作条件，以标准空白溶液调零，于波长589.59 nm处，测定标准溶液的吸光度。以钠质量（mg）为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

7.5.4.2 试验

称取试约 1.0 g 样，精确至 0.000 2 g，置于 100 mL 烧杯中，加适量水搅拌使其全部溶解，加 2 mL 硝酸溶液，全部转移至 100 mL 容量瓶中，加水至刻度，摇匀。测定试验溶液中钠元素的光谱强度，并根据测得的光谱强度，分别从标准曲线上查出相应的钠的质量。

同时做空白试验，空白试验溶液即在100 mL容量瓶中加入2mL硝酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

测定试验溶液和空白试验溶液中钠元素的光谱强度，并根据测得的光谱强度，分别从标准曲线上查出相应的钠的质量。

7.5.5 试验数据处理

钠含量以钠（Na）质量分数 w_2 计，按公式（4）计算：

$$w_2 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中：

m_1 ——从标准曲线上查出的试验溶液中钠的质量的数值，单位为毫克（mg）；

m_0 ——从标准曲线上查出的空白试验溶液中钠的质量的数值，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算术平均值的10%。

7.6 汞含量的测定

7.6.1 原理

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，用高纯氩气导入原子荧光吸收池。

7.6.2 试剂或材料

7.6.2.1.1 盐酸溶液：1+1。

7.6.2.1.2 氯化亚锡盐酸溶液：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。

7.6.2.1.3 碘溶液：2.5 g/L。

7.6.2.1.4 汞标准溶液贮备液：1 mL 溶液含汞（Hg）0.1 mg。用移液管移取 10mL 按 HG/T 3696.2 配制的汞标准溶液置于 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。

7.6.2.1.5 汞标准溶液 1 mL 溶液含汞 (Hg) 0.001 mg。用移液管移取 1 mL 汞标准溶液贮备液置于 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。此溶液使用时现配。

7.6.3 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。

7.6.4 试验步骤

7.6.4.1.1 标准曲线的绘制

移取汞标准溶液 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、16.00 mL、20.00 mL, 分别置于 6 个 50 mL 的容量瓶, 分别加入 5 mL 盐酸溶液, 用水稀释至刻度, 摇匀。分别取适量于自动进样台上, 用原子荧光仪, 以高强度汞空心阴极灯为光源, 将仪器调至最佳工作条件状态, 测定荧光值。从每个汞标准工作溶液的荧光收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。

7.6.4.1.2 试验

称取约 2.0 g 试样, 精确至 0.000 2 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, 用水稀释至刻度, 摇匀。分别取适量于自动进样台上, 用原子荧光仪, 以高强度汞空心阴极灯为光源, 将仪器调至最佳工作条件状态, 测得其荧光值。从标准曲线上查出相应的汞的质量。

同时制备空白试验溶液。空白试验溶液除不加试样外, 其他加入试剂的种类和量与试验溶液相同

7.6.5 试验数据处理

汞含量以汞 (Hg) 的质量分数 w_3 计, 按公式 (5) 计算:

$$w_3 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \quad \text{..... (5)}$$

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 ——从标准曲线上查出的空白试验溶液中汞的质量的数值, 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算术平均值的 10 %。

7.7 水不溶物含量的测定

7.7.1 原理

试样溶于水后, 经过滤、洗涤后, 烘干至质量恒定, 根据烘干后残留物的量, 确定水不溶物的含量。

7.7.2 试剂

氯化钡溶液。

7.7.3 仪器设备

7.7.3.1 玻璃砂坩埚：滤板孔径 $5\ \mu\text{m}\sim 15\ \mu\text{m}$ 。

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

7.7.4 分析步骤

称取约 50 g 试样，精确至 0.01 g，置于 400 mL 烧杯中，加 200 mL 水，加热搅拌使其溶解，冷却至室温后，用预先在 $105\ ^\circ\text{C}\pm 2\ ^\circ\text{C}$ 下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚抽滤，用热水洗涤至滤液无硫酸根为止（用氯化钡溶液检验），将玻璃砂坩埚置于 $105\ ^\circ\text{C}\pm 2\ ^\circ\text{C}$ 下干燥至质量恒定。

7.7.5 结果计算

水不溶物含量以质量分数 w_4 计，按公式（6）计算：

$$w_4 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中：

m_1 ——干燥后水不溶物及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）；

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不大于 0.001 %

8 检验规则

8.1 本文件规定的所有指标项目为出厂检验项目，应逐批检验。

8.2 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同一类别的工业硫酸镍为一批。每批产品不超过 40 t。

8.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时，将采样器自袋的中心垂直插入至料层深度的 3/4 处采样。将采出的样品混匀，用四分法缩分至不少于 500 g。将样品分装于两个清洁、干燥的容器中，密封。并粘贴标签，注明生产厂名、产品名称、类别、批号或生产日期、采样日期和采样者姓名。一份供检验用，另一份保存备查，保存时间根据生产企业需求确定。

8.4 检验结果如有指标不符合本文件要求，应重新自两倍量的包装中采样进行复验，复验结果即使只有一项指标不符合本文件的要求时，则整批产品为不合格。

8.5 采用 GB/T 8170 规定修约值比较法判断检验结果是否符合本文件。

9 标志、标签

9.1 工业硫酸镍包装袋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、净含量、批号或生产日期、保质期、本文件编号及 GB/T 191—2008 中规定的“怕雨”、“怕晒”标志。

9.2 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、净含量、批号或生产日期、本文件编号。

10 包装、运输、贮存

10.1 工业硫酸镍产品采用双层包装，内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋，外包装采用塑料编织袋。包装内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳扎口，或用与其相当的其他方式封口。外袋采用缝包机缝合，缝合牢固，无漏缝或跳线现象。每袋净含量为 25 kg，也可根据用户要求的规格进行包装。

10.2 工业硫酸镍在运输过程中，防止雨淋、受热、受潮。

10.3 工业硫酸镍应贮存在通风、阴凉、干燥的库房内，防止雨淋、受潮。

附 录 A
(资料性附录)
处理汞废液的方法

为了防止含汞废液的污染，建议将汞测定后所得的废液进行处理。

A1 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。

A2 试剂和溶液

A2.1 氢氧化钠溶液：400g/L。

A2.2 硫化钠。

A2.3 过氧化氢溶液：30%。

A3 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 400mL，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，交给有资质的部门处理处置。

上述操作中所用试剂均为工业级。
