



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 26522—20XX  
代替GB/T 26522—2011

## 精制氯化镍

**Refined nickel chloride**

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

国家市场监督管理总局

国家标准化管理委员会 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 GB/T 26522—2011《精制氯化镍》，与 GB/T 26522—2011 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，2011年版的第1章）；
- 删除了等级及一等品指标（见第5.2，2011年版的4.2）；
- 增加了钙、镁、钠、pH的指标参数和分析方法（见5.2，6.4、6.5、6.9）；
- 更改了锌、铁、铜、铅、砷的指标参数（见5.2，2011年版的4.2）；
- 删除了硫酸盐的指标参数及分析方法（见2011年版的4.2、5.12）；
- 更改了钴、锌、铁、铜、铅、镉、铬、锰、砷、汞含量的分析方法（见6.4、6.6、6.7，2011年版的5.5、5.6、5.7、5.8、5.10、5.11）；

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：XXXX

本文件主要起草人：XXXX

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

本文件于2011年首次发布，本次为第一次修订。

# 精制氯化镍

## 1 范围

本文件规定了精制氯化镍的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。

本文件适用于精制氯化镍。

本产品主要用于电镀、化学镀镍、催化剂、陶瓷与玻璃、化学试剂、防腐剂及电子化学品等。

## 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 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

GB/T 23769 无机化工产品 水溶液中 pH 值测定通用方法

GB/T 23947.3-2023 无机化工产品中砷测定的通用方法 第 3 部分 原子荧光光谱法

JJG768 发射光谱仪

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：NiCl·6H<sub>2</sub>O

相对分子质量：237.69（按 2023 年国际相对原子质量）

## 5 要求

5.1 外观:绿色或草绿色单斜棱柱状结晶

5.2 精制氯化镍按本文件规定的试验方法检测应符合表 1 的规定。

表 1 要求

项目	指标
镍（Ni）w% ≥	24.0
钴（Co）w% ≤	0.001
锌（Zn）w% ≤	0.0002
铁（Fe）w% ≤	0.0006
铜（Cu）w% ≤	0.0002
铅（Pb）w% ≤	0.0005
镉（Cd）w% ≤	0.0005
铬（Cr）w% ≤	0.0005
锰（Mn）w% ≤	0.0005
钙（Ca）w% ≤	0.03
镁（Mg）w% ≤	0.01
钠（Na）w% ≤	0.03
砷（As）w% ≤	0.0005
汞（Hg）w% ≤	0.0005
水不溶物 w% ≤	0.005
pH（10g/L 溶液） ≥	4.0~6.0

6 试验方法

警告：本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，操作者应小心谨慎！如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。使用易燃品时，严禁使用明火加热

6.1 一般规定

本文件所用的试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。试验中所用的标准滴定溶液、制剂及制品，在没有注明其他规定时，均按 HG/T 3696.1 和 HG/T 3696.3 的规定制备。

6.2 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。

6.3 镍含量的测定

6.3.1 重量法（仲裁法）

6.3.1.1 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。

### 6.3.1.2 试剂或材料

6.3.1.2.1 乙醇溶液：1+4。

6.3.1.2.2 盐酸溶液：1+1。

6.3.1.2.3 氨水溶液：1+1。

6.3.1.2.4 氯化铵溶液：200g/L。

6.3.1.2.5 酒石酸溶液：200g/L。

6.3.1.2.6 二甲基乙二醛肟乙醇溶液：10g/L。

### 6.3.1.3 仪器设备

6.3.1.3.1 玻璃砂坩埚：5μm~15μm。

6.3.1.3.2 电热恒温干燥箱：温度能控制在 105±2℃。

### 6.3.1.4 实验步骤

称取约 2.0 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于 250 mL 烧杯中，加入 1mL 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℃~80℃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℃~80℃下保温 30 min，用已于 105℃±2℃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℃±2℃干燥至质量恒定。

### 6.3.1.5 试验数据处理

镍含量以镍(Ni)的质量分数  $w_1$  计，按式(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%。

## 6.3.2 络合滴定法

### 6.3.2.1 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。

### 6.3.2.2 试剂或材料

#### 6.3.2.2.1 氟化铵；

#### 6.3.2.2.2 盐酸溶液：1+1；

#### 6.3.2.2.3 氨水溶液：1+1；

#### 6.3.2.2.4 硝酸溶液：1+1；

#### 6.3.2.2.5 酒石酸钾钠溶液：150 g/L；

#### 6.3.2.2.6 硫代硫酸钠溶液：500 g/L；

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

#### 6.3.2.2.8 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。

### 6.3.2.3 试验步骤

#### 6.3.2.3.1 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。

#### 6.3.2.3.2 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。

### 6.3.2.4 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) ( $M=58.69$ )；

$w_i$ ——按 6.4 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 0.05%。

## 6.4 钴、锌、铁、铜、铅、镉、铬、锰、钙、镁的测定

### 6.4.1 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。

6.4.2 试剂或材料

- 6.4.2.1 硝酸溶液：1+1，使用优级纯硝酸配制。
- 6.4.2.2 镍基体溶液： $\rho(\text{Ni})=20\text{ g/L}$ （钴、锌、铁、铜、铅、镉、铬、锰、钙、镁）质量分数均不大于0.0002%）。称取约 $(20.0\pm0.1)\text{ g}$ 金属镍(镍质量分数不小于99.99%)，置于400 mL烧杯中；加少量水润湿，缓缓加入150 mL硝酸溶液，加热至全部溶解；冷却室温后，移入1 000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。
- 6.4.2.3 钴、锌、铁、铜、铅、镉、铬、锰、钙、镁标准贮备溶液：1 mL溶液含(Co)、锌(Zn)、铁(Fe)、铜(Cu)、铅(Pb)、镉(Cd)、铬(Cr)、锰(Mn)钙(Ca)、镁(Mg)分别为0.1 mg。按HG/T 3696.2配制各元素标准贮备溶液，或者采用经国家认证并授予标准物质证书的元素标准贮备溶液。
- 6.4.2.4 混合标准溶液：1 mL溶液含钴(Co)、锌(Zn)、铁(Fe)、铜(Cu)、铅(Pb)、镉(Cd)、铬(Cr)、锰(Mn)钙(Ca)、镁(Mg) 0.01 mg。用移液管分别移取1 0mL按HG/T 3696.2配制的钴、锌、铁、铜、铅、镉、铬、锰、钙、镁标准贮备溶液，置于100 mL容量瓶中；用水稀释至刻度，摇匀。该溶液现用现配。
- 6.4.2.5 水：符合GB/T 6682规定的二级水规格。

6.4.3 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪：应符合JJG 768的要求。

6.4.4 试验步骤

6.4.4.1 标准曲线的绘制

分别移取0.00 mL、0.50、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL混合标准溶液，置于7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，于表2中各待测元素推荐的测定波长处，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浓度(mg/L)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 各待测元素推荐的测定波长

单位为纳米										
元素	钴	锌	铁	铜	铅	镉	铬	锰	钙	镁
波长	238.892	206.191	259.939	324.754	283.310	214.441	267.716	259.372	393.372	279.553

6.4.4.2 试验

称取1.0 g试样，精确至0.0001 g，置于100 mL烧杯中；加适量水，煮沸使之溶解；冷却后，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。此溶液为试验溶液A，用于钴、锌、铁、铜、铅、镉、铬、锰含量的测定。

分别移取5 mL试验溶液A置于100 mL容量瓶中；加2 mL硝酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液为试验溶液B，用于钙和镁含量的测定。

分别测定试验溶液A和溶液B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浓度。

同时做空白试验。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。

#### 6.4.5 试验数据处理

试验溶液 A 中各待测元素含量以待测元素的质量分数 ( $w_i$ ) 计，按公式 (3) 计算：

$$w_i = \frac{(\rho_i - \rho_0) \times 0.1 \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

试验溶液 B 中各待测元素含量以待测元素的质量分数 ( $w_i$ ) 计，按公式 (4) 计算：

$$w_i = \frac{(\rho_i - \rho_0) \times 0.1 \times 10^{-3}}{m \times 5/100} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中：

$\rho_i$ ——从标准曲线上查出的试验溶液中待测元素的质量浓度，单位为毫克每升 (mg/L)；

$\rho_0$ ——从标准曲线上查出的空白试验溶液中待测元素的质量浓度，单位为毫克每升 (mg/L)；

$m$ ——试料质量，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相对偏差不大于算术平均值的 20%

### 6.5 钠含量的测定

#### 6.5.1 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。

#### 6.5.2 试剂或材料

6.5.2.1 硝酸溶液：1+1，使用优级纯硝酸配制。

6.5.2.2 钠标准溶液：1 mL 溶液含钠(Na)0.1 mg，用移液管移取 10mL 按 HG/T 3696.2 配制的钠标溶液置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液现用现配。

6.5.2.3 符合 GB/T 6682—2008 规定的二级水。

#### 6.5.3 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪。

#### 6.5.4 试验步骤

##### 6.5.4.1 标准曲线的绘制

用移液管分别移取 0.00 mL、0.5 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、5.00 mL 钠标准溶液，置于 6 个 100 mL 容量瓶中，加 10 mL 镍基体溶液（见 6.4.2.2）、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。以钠质量浓度 (mg/L) 为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

##### 6.5.4.2 试验



称取试样约 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。

同时做空白试验, 空白试验溶液即在 100 mL 容量瓶中加入 2 mL 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, 从标准曲线上查出相应的钠的质量浓度。

#### 6.5.5 试验数据处理

钠含量以钠 (Na) 质量分数  $w_2$  计, 按公式 (5) 计算:

$$w_2 = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times 0.1 \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (5)$$

式中:

$\rho_1$ ——从标准曲线上查出的试验溶液中钠的质量浓度的数值, 单位为毫克每升 (mg/L);

$\rho_0$ ——从标准曲线上查出的空白试验溶液中钠的质量浓度的数值, 单位为毫克每升 (mg/L);

$m$ ——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 20 %。

### 6.6 砷含量的测定

#### 6.6.1 原理

在酸性溶液中, 用硫脲-抗坏血酸预还原五价砷到三价砷, 在氢化物发生器中, 砷被硼氢化钾还原为氢化物, 于原子荧光光谱仪上测定其荧光强度。

#### 6.6.2 试剂或材料

##### 6.6.2.1 盐酸溶液 (1+99);

##### 6.6.2.2 硫脲-抗坏血酸溶液:

称取 10g 硫脲和 10g 抗坏血酸, 用水溶解后, 转移至 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度线, 混匀, 用时现配。

##### 6.6.2.3 硼氢化钾溶液

称取 10g 硼氢化钾和 2.5g 氢氧化钾, 用水溶解后, 转移至 500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度线, 混匀, 用时现配。

##### 6.6.2.4 砷标准溶液贮备液: 1 mL 溶液含砷(As) 0.1 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的砷杂质标准贮备溶液, 置于 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。

##### 6.6.2.5 砷标准溶液: 1 mL 溶液含砷(As) 0.001 mg。

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

### 6.6.3 仪器设备

原子荧光仪：配有高强度砷空心阴极灯。

### 6.6.4 实验步骤

#### 6.6.4.1 标准曲线的绘制

移取砷标准溶液0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、8.00 mL、10mL，分别置于6个50 mL容量瓶中，再分别加入5 mL盐酸溶液，用水稀释至刻度、摇匀。

用原子荧光仪，以高强度砷空心阴极灯为光源，将仪器调至最佳工作条件状态，测定荧光值。从每个砷标准工作溶液的荧光值中减去空白试验溶液的荧光值，以砷的质量浓度 (mg/L)为横坐标、荧光值为纵坐标，绘制标准曲线。

#### 6.6.4.2 试验

称取约1.0 g试样(精确至0.0002g)，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。

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浓度。

### 6.6.5 试验数据处理

砷含量以砷(As) 的质量分数 $w_3$ 计，按公式(6)计算：

$$w_3 = \frac{\rho \times 0.05 \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (6)$$

式中：

$\rho$ ——从工作曲线上查得的试验溶液中砷的质量浓度的数值，单位为毫克每升 (mg/L)；

$m$ ——试料质量的数值，单位为克 (g)。

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相对偏差不大于算术平均值的10 %

### 6.7 汞含量的测定

#### 6.7.1 原理

盐酸溶解试样，在酸性溶液中，以硼氢化钾将二价汞离子还原为汞原子，用高纯氙气导入原子荧光吸收池，以高强度汞空心阴极灯为光源测定荧光值。

#### 6.7.2 试剂或材料

6.7.2.1 盐酸溶液 (1+1)。

6.7.2.2 盐酸溶液 (1+99)。

6.7.2.3 硼氢化钾溶液：称取 0.2 g 硼氢化钾溶于 100 mL 2 g/L 氢氧化钾溶液，摇匀。此溶液现用现配。

#### 6.7.2.4 汞标准溶液贮备液：1 mL 溶液含汞(As) 0.1 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的汞杂质标准贮备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。

#### 6.7.2.5 汞标准溶液：1 mL 溶液含汞(As) 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。

### 6.7.3 仪器设备

原子荧光仪：配有高强度汞空心阴极灯。

### 6.7.4 实验步骤

#### 6.7.4.1 标准曲线的绘制

移取汞标准溶液 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL，分别置于 6 个 50 mL 容量瓶中，再分别加入 5 mL 盐酸溶液（1+1），用水稀释至刻度、摇匀。

分别取适量于自动进样台上，将仪器调至最佳工作条件状态，盐酸溶液（1+99）作为载流，硼氢化钾溶液作为还原性溶液，测定荧光值。从每个汞标准工作溶液的荧光值中减去空白试验溶液的荧光值，以汞质量浓度为横坐标，荧光值为纵坐标，绘制工作曲线。

#### 6.7.4.2 试验

称取约 1.0 g 试样，精确至 0.0002 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（1+1），用水稀释至刻度，摇匀。

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浓度。

注：含汞废液按照附录 A 处理。

### 6.7.5 试验数据处理

汞含量以汞(Hg) 的质量分数  $w_4$  计，按公式(7)计算：

$$w_4 = \frac{\rho \times 0.05 \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (7)$$

式中：

$\rho$ ——从工作曲线上查得的试验溶液中汞的质量浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

$m$ ——试料质量的数值，单位为克（g）。

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相对偏差不大于算术平均值的 10 %。

## 6.8 水不溶物的测定

### 6.8.1 原理

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

### 6.8.2 试剂

硝酸银溶液：20 g/L。

### 6.8.3 仪器设备

6.8.3.1 玻璃砂坩埚：滤板孔径 5 μm~15 μm。

6.8.3.2 电热恒温干燥箱：可控温度在 105 °C±2 °C。

### 6.8.4 分析步骤

称取约 50.0 g 试样，精确至 0.01g。置于 500 mL 烧杯中。用 300 mL 水溶解，用已于 105 °C±2 °C 下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚抽滤，用水洗涤至滤液中无氯离子为止（取 5 mL 滤液，加 5 mL 硝酸银溶液，混匀，放置 5 min 不出现浑浊）于 105 °C±2 °C 下干燥至质量恒定。

### 6.8.5 试验数据处理

水不溶物质量以质量分数  $w_5$  计，按公式（8）计算

$$w_5 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (8)$$

式中：

$m_1$ ——干燥后水不溶物和玻璃砂坩埚的质量的数值，单位为克（g）；

$m_0$ ——玻璃砂坩埚的质量的数值，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 0.01%

## 6.9 pH 的测定

### 6.9.1 试剂或材料

无二氧化碳的水。

### 6.9.2 仪器设备

6.9.2.1 酸度计：分辨率不低于 0.01 pH，配有玻璃电极和饱和甘汞电极或 pH 复合电极。

6.9.2.2 磁力搅拌器和搅拌子。

### 6.9.3 试验步骤

称取 1.00g±0.01g 试样，置于 150 mL 烧杯中，加入无二氧化碳水至 100 mL。搅拌至试样完全溶解，按 GB/T 23769 的规定测定。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，2次平行测定结果的绝对差值不大于0.5。

## 7 检验规则

7.1 本文件采用型式检验和出厂检验。

型式检验和出厂检验应符合下列规定：

a) 本文件要求中规定的所有指标项目为型式检验项目，在正常情况下每 6 个月至少进行一次型式检验。在下列情况之一时，应进行型式检验：

- 更新关键生产工艺；
- 主要原料有变化；
- 停产又恢复生产；
- 与上次型式检验有较大差异；
- 合同规定。

b) 本文件要求中规定的所有项目均为出厂检验项目，应逐批检。要求中规定的镍含量、钴含量、锌含量、铁含量、铜含量、铅含量、镉含量、铬含量、锰含量、钙含量、镁含量、钠含量、水不溶物含量和 pH（10%悬浮物）14 项指标为出厂检验项目，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同一等级的精制氯化镍为一批。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垂直插入至料层深度的 3/4 处采样。将所采的样品混匀，用四分法缩分至约 500 g，将样品分装入两个干燥、清洁的容器中，密封，粘贴标签，注明：生产厂名、产品名称、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一份用于检验，另一份保存备查，保存时间由生产厂根据实际情况确定。

7.4 检验结果如有指标不符合本文件要求时，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。

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 标志和随行文件

8.1 精制氯化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、净含量、批号或生产日期和 GB/T 191—2008 第 2 章规定的“怕雨”及“怕晒”标志。

8.2 每批出厂的精制氯化镍都应附有质量证明书，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本文件的证明和本文件编号。

## 9 包装、运输、贮存

9.1 精制氯化镍采用双层包装，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。

9.2 精制氯化镍在运输过程中应有遮盖物，防止日晒、雨淋、受潮。

9.3 精制氯化镍应贮存于通风、阴凉、干燥的库房内，防止日晒、雨淋、受潮。

## 附录 A

(资料性)

## 处理汞废液的方法

## A.1 原理

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。

## A.2 试剂或材料

A.2.1 过氧化氢溶液：30 %。

A.2.2 硫化钠( $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ )。

A.2.3 氢氧化钠溶液：400 g/L。

注：上述药剂均为工业级。

## A.3 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 400 mL，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，由专人进行汞的回收。

---