

ICS 77.150.40
H 62

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 277—2009
代替 YS/T 277—1994

氧化亚镍

Nickel monoxide

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 YS/T 277—1994《氧化亚镍》。与 YS/T 277—1994 相比,本标准主要变化如下:

——原标准中产品适用范围“主要用于搪瓷及陶瓷涂料、玻璃颜料等”;修订为:“适用于供生产磁性材料、冶金、显像管行业、搪瓷及陶瓷涂料、玻璃颜料的氧化亚镍;也可用于制造镍盐及镍催化剂的原料。”

——产品品级由 2 个品级修订为 4 个牌号。

——原标准中氧化亚镍的外观由“绿色粉末”修订为“绿色或灰绿色粉末”。

——原标准中产品的包装重量由“每桶 30 kg”修订为“每桶 25 kg”。

本标准附录 A、附录 B 为规范性附录。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本标准起草单位:金川集团有限公司。

本标准主要起草人:武浚、金丽红、林秀英、刘光辉、陈建军。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 8633—1988;

——YS/T 277—1994。

氧化亚镍

1 范围

本标准规定了氧化亚镍(NiO)的要求、检验方法、检验规则、包装、标志、运输、贮存和质量证明书。

本标准适用于供生产磁性材料、冶金、显像管行业、搪瓷及陶瓷涂料、玻璃颜料的氧化亚镍；也可用于制造镍盐及镍催化剂的原料。

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。

YS/T 633—2007 四氧化三钴

3 要求

3.1 化学成分

氧化亚镍的化学成分应符合表1的规定。

表1 氧化亚镍的化学成分 质量分数/%

牌 号	Ni 不小于	杂质含量,不大于						
		Co	Cu	Fe	Zn	S	Ca、Mg、Na 总和	盐酸不溶物
NiO-770	77.0	0.05	0.01	0.05	0.005	0.01	0.5	0.10
NiO-765	76.5	0.15	0.05	0.10	0.05	0.03	1.0	0.20
NiO-760	76.0	0.20	0.10	0.15	0.10	0.05	1.30	0.30
NiO-750	75.0	0.50	0.20	0.20	0.20	0.15	1.50	0.40

3.2 外观质量

氧化亚镍为绿色或灰绿色粉末。同一批次产品的色泽须保持一致,不得有其他外来夹杂物。

3.3 粒度

通过0.154 mm(100目)筛,其筛上物不大于0.02%。

3.4 如用户有特殊要求,供需双方可另行协商解决,并在合同中确定。

3.5 安全防护

氧化亚镍属粉末产品,刺激呼吸道粘膜,进行接触氧化亚镍作业时,应注意防护。

4 试验方法

4.1 镍、钴、铜、铁、锌、钙、镁、钠、盐酸不溶物量的测定按本标准附录A的规定进行。

4.2 硫量的测定按YS/T 633—2007附录A的规定进行。

4.3 筛上物的测定按本标准附录B的规定进行。

4.4 产品的外观质量由目视检测。

5 检验规则

5.1 检查与验收

5.1.1 产品应由供方质量检测部门负责检验,保证产品符合本标准或订货单(或合同)的规定,并填写质量证明书。

5.1.2 需方应对收到的产品进行检验,如检验结果与产品标准或订货单(或合同)要求不符时,应在收到产品之日起15日内向供方提出,由供需双方协商解决;如需仲裁,仲裁取样在需方,由供需双方共同进行。

5.2 组批

每批产品应由同一系统、同一生产周期产出的产品组成,单批重量不大于10吨。

5.3 取样与制样

5.3.1 仲裁取样件数按表2的规定确定。

5.3.2 用探针取样器在每件产品中随机采取重量大致相等的试样,每件取样量不少于100g。

5.3.3 将试样混匀,缩分至400g,铺于洁净干燥的托盘中,厚约1mm~3mm,置于100℃±5℃烘箱中烘至恒重(约10min~20min),置于干燥器中冷却至室温后,均分为4份,装入洁净的磨口瓶中,分别供仲裁分析用、备用及供需双方保存。

5.4 检验项目

每批产品应进行化学成分,粒度及表面质量的检验。

5.5 检验结果的判定

产品化学成分和物理性能不符合本标准时,该批产品不合格;外观质量不符合本标准时,该件产品不合格。

表2 仲裁取样数量

同批产品包装件数	仲裁取样件数	同批产品包装件数	仲裁取样件数
1~5	全部	61~99	9
6~11	5	100~149	10
12~20	6	150~199	11
21~35	7	200~299	12
36~60	8	300~399	13

6 包装、标志、运输、贮存和质量证明书

6.1 包装

氧化亚镍产品用塑料袋密封包装后置于铁桶(或木箱)中,每桶净重25kg。如用户有特殊要求时,供需双方可另行协商解决。

6.2 标志

产品外包装应印有产品名称、批号、净重、本标准号、供方名称、供方地址,并有“防潮”、“轻放”、“向上”字样或标志。

6.3 运输

产品运输时应小心轻放,不得撞击、滚动和倒置,应与其他物品分开堆放。

6.4 产品应贮存于干燥、通风、无腐蚀性气体的仓库中,不得与酸、碱、油类和化学品贮存在一起,严防受潮、腐蚀。

6.5 质量证明书

每批产品应附有质量证明书,其上注明:

- a) 供方名称；
- b) 注册商标；
- c) 产品名称、批号、牌号；
- d) 分析检测结果及检验部门印记；
- e) 本标准编号；
- f) 出厂日期。

7 订货单(或合同)

订货单(或合同)应包括下列内容：

- a) 产品名称；
- b) 牌号；
- c) 化学成分及物理规格的特殊要求；
- d) 数量；
- e) 本标准编号；
- f) 其他需要协商或增加的标准以外要求的内容。

附 录 A
(规范性附录)
氧化亚镍化学分析方法

A.1 氧化亚镍中镍含量的测定

A.1.1 方法提要

在氢氧化铵-氯化铵的微碱性溶液中,镍与丁二酮肟生成红色沉淀。将沉淀在 110 °C 烘干、称重。

A.1.2 试剂

A.1.2.1 硝酸(1+1)。

A.1.2.2 盐酸(1+1)。

A.1.2.3 酒石酸溶液(400 g/L)。

A.1.2.4 氯化铵溶液(400 g/L)。

A.1.2.5 乙醇溶液(1+4)。

A.1.2.6 氨水(1+1)。

A.1.2.7 丁二酮肟乙醇溶液(10 g/L)。

A.1.3 分析步骤

A.1.3.1 称取 1.000 0 g 试样于 250 mL 烧杯中,加 80 mL 盐酸(A.1.2.2),2 mL 硝酸(A.1.2.1),加热至溶解完全,取下冷却,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

A.1.3.2 移取 10 mL 试液于 500 mL 三角烧杯中,加水 250 mL,加入 10 mL 氯化铵溶液(A.1.2.4),加入 10 mL 酒石酸溶液(A.1.2.3),加热煮沸,取下,用水洗涤表皿和杯壁,用氨水(A.1.2.6)调节至 pH 5 左右,在不断搅拌下(溶液温度控制在 80 °C 左右),缓缓加入 50 mL 丁二酮肟乙醇溶液(A.1.2.7),滴加氨水(A.1.2.6)至 pH 为 8~9,使丁二酮肟镍沉淀完全,再过量 1 mL~2 mL,在 70 °C~80 °C 处保温 30 min,将沉淀用已恒重的 G3 玻璃坩埚抽滤,用乙醇溶液(A.1.2.5)洗涤沉淀全部移入玻璃坩埚内,并洗涤 3~4 次,将带沉淀的坩埚于 110 °C 烘箱中烘 1 h,置于干燥器中冷却称至恒重。

A.1.4 分析结果的计算

镍含量以镍的质量分数 w_{Ni} 计,数值以 % 表示,按公式(A.1)计算:

$$w_{Ni} = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.2031}{m \times 10/100} \times 100 \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

m_1 ——玻璃坩埚与沉淀质量,单位为克(g);

m_2 ——玻璃坩埚质量,单位为克(g);

0.2031——丁二酮肟镍换算成镍的系数;

m ——试样质量,单位为克(g)。

平行测定两结果之差不大于 0.50%。

A.2 氧化亚镍中钴量的测定

A.2.1 方法提要

亚硝基红盐在乙酸介质中同钴作用生成可溶性的红色络合物,借此进行比色测定。

A.2.2 试剂

A.2.2.1 硝酸(1+1)。

A.2.2.2 乙酸钠溶液(300 g/L)。

A.2.2.3 亚硝基红盐溶液(5 g/L)。

A.2.2.4 钴标准溶液(甲)。

称取 1.000 0 g 纯钴(质量分数 $\geq 99.9\%$)于 250 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(A.2.2.1),在低温处加热使其完全溶解,加水至 40 mL 左右,加热煮沸赶尽氧化氮,取下,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钴。

A.2.2.5 钴标准溶液(乙)。

吸取 10.00 mL 钴标准溶液(甲)于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液每毫升含钴 0.01 mg 钴。

A.2.3 仪器

分光光度计。

A.2.4 分析步骤

A.2.4.1 吸取 2 mL 试液(A.1.3.1)于 250 mL 烧杯中,加水至 20 mL 左右,加 10 mL 乙酸钠溶液(A.2.2.2)、20 mL 亚硝基红盐溶液(A.2.2.3)。

A.2.4.2 煮沸 2 min 取下,冷却后加入 10 mL 硝酸(A.2.2.1)煮沸 2 min,取下,冷却后移入 100 mL 容量瓶中稀释至刻度,摇匀。以试剂空白作比较液,用 3 cm 比色皿在波长 550 nm 处测其吸光度。

A.2.4.3 标准曲线绘制。

于一组 250 mL 烧杯中,分别用微量滴定管依次加入 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 钴标准溶液(乙)加水至 20 mL,加 10 mL 乙酸钠(A.2.2.2),20 mL 亚硝基红盐(A.2.2.3)。以下按 A.2.4.2 进行。以试剂空白作比较液,用 3 cm 比色皿,在波长 550 nm 处测其吸光度,以吸光度为纵坐标,钴的浓度为横坐标绘制曲线。

A.2.5 分析结果的计算

钴含量以钴的质量分数 w_{Co} 计,数值以%表示,按公式(A.2)计算:

$$w_{Co} = \frac{m_1}{m \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(A.2)$$

式中:

m_1 ——由试样测得的吸光度自标准曲线查得的钴量,单位为毫克(mg);

m ——分取试样量,单位为克(g)。

平行测定两结果之差不得大于 0.04%。

A.3 氧化亚镍中盐酸不溶物量的测定

A.3.1 方法提要

试料用盐酸(1+1)溶解,将不溶之物抽滤于 G3 玻璃坩埚中并在 110 °C 烘干,称重。

A.3.2 试剂

盐酸(1+1)。

A.3.3 分析步骤

A.3.3.1 称取 2.000 g 试样于 250 mL 带冷凝器三角烧杯中,加入 50 mL 盐酸溶液(A.3.2)低温加热至沸,并保持微沸状态 2 h,加水稀释至 100 mL。

A.3.3.2 用已恒重的 G3 玻璃坩埚抽滤,用热水洗净不溶残渣,将带残渣的坩埚于 105 °C~110 °C 烘箱内烘 1 h,置于干燥器中冷却,称至恒重。

A.3.4 分析结果的计算

盐酸不溶物含量以其质量分数 $w_{\text{盐酸不溶物}}$ 计,数值以%表示,按公式(A.3)计算:

$$w_{\text{盐酸不溶物}} = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(A.3)$$

式中：

m_1 ——玻璃坩埚与残渣量，单位为克(g)；

m_2 ——玻璃坩埚重量，单位为克(g)；

m ——称取试样量，单位为克(g)。

平行测定两结果之差不大于0.04%。

A.4 氧化亚镍中铜、铁、锌、钙、镁、钠量的测定

A.4.1 方法提要

试料用盐酸加数滴硝酸溶解。在稀释后的试液中加入铯盐，于原子吸收分光光度计波长324.7 nm(铜)、248.3 nm(铁)、213.9 nm(锌)、422.6 nm(钙)、285.2 nm(镁)处，分别测定各吸光度。

在稀释后的试液中加入钾盐，于原子吸收分光光度计波长589.0 nm处测定钠的吸光度。

A.4.2 试剂

A.4.2.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

A.4.2.2 盐酸(1+1)。

A.4.2.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

A.4.2.4 硝酸(1+1)。

A.4.2.5 氯化铯溶液 100 g/L($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)。

A.4.2.6 氯化钾溶液 10 g/L(不含钠光谱纯)。

A.4.2.7 铜标准贮存溶液。

称取1.000 0 g纯铜(质量分数 \geq 99.9%)置于250 mL烧杯中，加入30 mL硝酸(A.4.2.4)，盖上表皿，置于电热板上低温加热到完全溶解，煮沸驱除氮的氧化物，取下，用水洗涤杯壁及表皿，冷到室温，移入1 000 mL容量瓶中，以水稀释到刻度，混匀。此溶液1 mL含1.0 mg铜。

A.4.2.8 铜标准溶液。

移取10.00 mL铜标准贮存溶液(A.4.2.7)于200 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含50 μ g铜。

A.4.2.9 铁标准贮存溶液。

称取1.000 0 g纯铁(质量分数 \geq 99.9%)置于250 mL烧杯中，加入30 mL盐酸(A.4.2.1)，盖上表皿，置于电热板上低温加热到完全溶解，加入5 mL硝酸(A.4.2.3)，煮沸，取下，用水洗涤杯壁及表皿，冷到室温，移入1 000 mL容量瓶中，以水稀释到刻度，混匀。此溶液1 mL含1.0 mg铁。

A.4.2.10 铁标准溶液。

移取10.00 mL铁标准贮存溶液(A.4.2.9)于200 mL容量瓶中，以水稀释到刻度，混匀。此溶液1 mL含50 μ g铁。

A.4.2.11 锌标准贮存溶液。

称取1.000 0 g纯锌(质量分数 \geq 99.9%)置于250 mL烧杯中，加入30 mL盐酸(A.4.2.2)，盖上表皿，置于电热板上低温加热到完全溶解，取下，用水洗涤杯壁及表皿，冷到室温，移入1 000 mL容量瓶中，以水稀释到刻度，混匀。此溶液1 mL含1.0 mg锌。

A.4.2.12 锌标准溶液。

移取10.00 mL锌标准贮存溶液(A.4.2.11)于200 mL容量瓶中，以水稀释到刻度，混匀。此溶液1 mL含50 μ g锌。

A.4.2.13 钙标准贮存溶液。

称取2.500 0 g经110 $^{\circ}$ C烘干后的优级纯碳酸钙(CaCO_3)于250 mL烧杯中，加入20 mL盐酸(A.4.2.2)，置于电热板上低温加热到完全溶解，驱尽二氧化碳，取下，用水洗涤杯壁及表皿，冷到室温，移入1 000 mL容量瓶中，以水稀释到刻度，混匀。此溶液1 mL含1.0 mg钙。

A. 4. 2. 14 钙标准溶液。

移取 10.00 mL 钙标准贮存溶液(A. 4. 2. 13)于 200 mL 容量瓶中,以水稀释到刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 50 μg 钙。

A. 4. 2. 15 镁标准贮存溶液。

称取 1.000 0 g 纯镁(质量分数 $\geq 99.9\%$)于 250 mL 烧杯中,加入 50 mL 水,分次加入 20 mL 盐酸(A. 4. 2. 2),盖上表皿,置于电热板上低温加热到完全溶解,加入 1 mL 硝酸(A. 4. 2. 4),煮沸,取下,用水洗涤杯壁及表皿,冷到室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释到刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 镁。

A. 4. 2. 16 镁标准溶液。

移取 10.00 mL 镁标准贮存溶液(A. 4. 2. 15)于 200 mL 容量瓶中,以水稀释到刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 50 μg 镁。

A. 4. 2. 17 钠标准贮存溶液。

称取 2.542 0 g 经 110 $^{\circ}\text{C}$ 烘干后的优级纯氯化钠(NaCl)于 250 mL 烧杯中,加入 100 mL 水,盖上表皿,置于电热板上低温加热到完全溶解,取下,用水洗涤杯壁及表皿,冷到室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释到刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 钠。

A. 4. 2. 18 钠标准溶液。

移取 10.00 mL 钠标准贮存溶液(A. 4. 2. 17)于 200 mL 容量瓶中,以水稀释到刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 50 μg 钠。

A. 4. 3 仪器

A. 4. 3. 1 原子吸收分光光度计,备有铜、铁、锌、钙、镁、钠各元素的空心阴极灯。

A. 4. 3. 2 原子吸收分光光度计的工作条件参数见表 A. 1。

表 A. 1 原子吸收分光光度计工作条件参数

元素	波长/ nm	灯电流/ mA	燃烧器高度/ mm	单色器通带/ \AA	空气流量/ (L/min)	乙炔流量/ (L/min)
铜	324.7	8	6	4	4.5	0.8
铁	248.3	10	8	2	4.5	1.0
锌	213.9	8	8	4	4.5	0.8
钙	422.6	8	8	4	4.5	1.0
镁	285.2	8	6	4	4.5	0.8
钠	589.0	5	6	2	4.5	0.8

A. 4. 4 分析步骤

A. 4. 4. 1 测定

A. 4. 4. 1. 1 称取 0.500 0 g 试样置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(A. 4. 2. 1),盖上表皿,置于电热板上低温加热,视试样溶解情况,加入 5 滴~10 滴硝酸(A. 4. 2. 3)使试样完全溶解,继续加热并蒸发至 2 mL~3 mL,取下,用水洗涤杯壁及表皿,冷到室温,移入 100 mL 容量瓶中,以水稀释到刻度,混匀。

A. 4. 4. 1. 2 移取 10.00 mL 溶液(A. 4. 4. 1. 1)于 100 mL(测铁置于 50 mL)容量瓶中,加入 0.5 mL 氯化锶溶液(A. 4. 2. 5)[测钠加入 1 mL 氯化钾溶液(A. 4. 2. 6)],以水稀释到刻度,混匀。

A. 4. 4. 1. 3 于原子吸收分光光度计分别于波长 324.7 nm(铜)、248.3 nm(铁)、213.9 nm(锌)、422.6 nm(钙)、285.2 nm(镁)、589.0 nm(钠)处,使用空气-乙炔火焰,以水调零。分别测定各溶液的吸光度。

A. 4. 4. 1. 4 从工作曲线上查出相应的铜、铁、锌、钙、镁、钠量。

A. 4. 4. 2 工作曲线的绘制

A. 4. 4. 2. 1 移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 铜标准溶液(A. 4. 2. 8)及锌标准溶液(A. 4. 2. 12),分别置于两组 100 mL 容量瓶中,加入 0.5 mL 氯化锶溶液(A. 4. 2. 5),以水稀释到刻度,混匀。以下按 A. 4. 4. 1. 3 进行。以铜浓度、锌浓度为横坐标,吸光度(减去零浓度溶液的吸光度)为纵坐标,分别绘制铜、锌的工作曲线。

A. 4. 4. 2. 2 移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 铁标准溶液(A. 4. 2. 10)置于 50 mL 容量瓶中,加入 0.2 mL~0.3 mL 氯化锶溶液(A. 4. 2. 5),以水稀释到刻度,混匀。以下按 A. 4. 4. 1. 3 进行。以铁浓度为横坐标,吸光度(减去零浓度溶液的吸光度)为纵坐标,绘制铁的工作曲线。

A. 4. 4. 2. 3 移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 钙标准溶液(A. 4. 2. 14)及镁标准溶液(A. 4. 2. 16)分别置于两组 100 mL 容量瓶中,以下同 A. 4. 4. 2. 1,并分别绘制钙及镁的工作曲线。

A. 4. 4. 2. 4 移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 钠标准溶液(A. 4. 2. 18)置于 100 mL 容量瓶中,加入 1 mL 氯化钾溶液(A. 4. 2. 6),以水稀释到刻度,混匀。以下按 A. 4. 4. 1. 3 进行,并绘制钠的工作曲线。

若钙、镁、钠含量超过 0.5% 时,则可以从溶液(A. 4. 4. 1. 1)中移取 5.00 mL 置于 100 mL 容量瓶中,加入 0.5 mL 氯化锶(测钠加 1 mL 氯化钾),以水稀释到刻度,分别测定各吸光度。

A. 4. 5 分析结果的计算

待测元素的含量以待测元素的质量分数 w_x 计,数值以 % 表示,按公式(A. 4)计算:

$$w_x = \frac{\rho \cdot V_2 \cdot V_0}{m \cdot V_1 \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots (A. 4)$$

式中:

ρ ——自工作曲线上查得的待测元素的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V_0 ——试液总体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——分取试液体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——测定溶液体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量,单位为克(g)。

铜,平行测定两结果之差不大于 0.03%。

铁,平行测定两结果之差不大于 0.03%。

锌,平行测定两结果之差不大于 0.03%。

钙、镁、钠三元素平行测定之差总和不大 0.2%。

附 录 B
(规范性附录)
氧化亚镍粒度的测定

称取 100 g 试样,于 0.154 mm(100 目)筛子里,用流水冲洗,并用软毛刷刷至流水清澈为止,将剩余物烘干、称重。残余物的量即为不通过 0.154 mm 筛子的量。

按式(B.1)计算氧化亚镍通过 0.154 mm(100 目)筛上物所占百分含量:

$$\text{筛上物}(\%) = \frac{\text{剩余物量}(\text{g})}{\text{样品量}(\text{g})} \times 100 \quad \dots\dots\dots(\text{B.1})$$

平行测定两结果之差不大于 0.1%。

中华人民共和国有色金属
行业 标准
氧化亚镍
YS/T 277—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 17 千字
2010年3月第一版 2010年3月第一次印刷

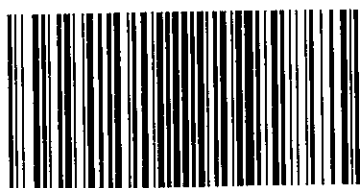
*

书号:155066·2-20497 定价 18.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



YS/T 277—2009