

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 4197—2011《工业用氨基磺酸》，与HG/T 4197—2011相比，除编辑性改动外主要技术变化如下：

- a) 增加了术语和定义的内容（见第3章）；
- b) 更改了技术要求中钴、铜、锌、硫酸根的指标值（见第4章，2011年版的第3章）；
- c) 增加了钙、镁质量分数的技术指标（见第4章）；
- d) 更改了铁、硫酸盐、氯化物的试验方法（见第5章，2011年版的第4章）；
- e) 增加了钙、镁的的试验方法（见第5章）；
- f) 更改了标志、包装、运输和贮存的部分内容（见第7章，2011年版的第6章）。

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硫和硫酸分技术委员会(SAC/TC63/SC7)归口。

本文件起草单位：江西核工业兴中新材料有限公司、中石化南京化工研究院有限公司、中国石油天然气股份有限公司西南油气田分公司川东北对外合作销售部、南京科正化工产品质量检验中心有限公司。

本文件主要起草人：胡昌文、纪罗军、李曦、梁锋、龙长江、邹文、陈小娟、叶为辉。

本文件及其所替代文件的历次版本发布情况为：

- 2011年首次发布为HG/T 4197—2011；
- 本次为第一次修订。

工业用氨基磺酸镍

警示——本文件中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，部分操作具有危险性。本文件并未揭示所有可能的安全问题，使用者应严格按照有关规定正确使用，并有责任采取适当的安全和健康措施。

1 范围

本文件规定了工业用氨基磺酸镍的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存和安全。

本文件适用于以含镍废料、镍盐或金属镍为原料制得的工业用氨基磺酸镍。

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 包装储运图示标志
- 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 603 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6679 固体化工产品采样通则
- 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

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 技术要求

工业用氨基磺酸镍按产品质量等级分为优等品、一等品和合格品，技术指标应符合表1的规定。

表1 技术指标

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
外观	绿色颗粒状晶体	绿色颗粒状晶体	绿色颗粒状晶体
氨基磺酸镍 $[\text{Ni}(\text{NH}_2\text{SO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 的质量分数/% \geq	98.5	97.5	96.5
钴(Co)的质量分数/% \leq	0.001	0.002	0.005

表 1 (续)

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
铜 (Cu) 的质量分数/%	≤ 0.0002	0.0005	0.001
铁 (Fe) 的质量分数/%	≤ 0.0005	0.001	0.002
铅 (Pb) 的质量分数/%	≤ 0.0005	0.001	0.001
锌 (Zn) 的质量分数/%	≤ 0.0005	0.001	0.002
钙 (Ca) 的质量分数/%	≤ 0.0005	0.001	0.003
镁 (Mg) 的质量分数/%	≤ 0.0003	0.0005	0.001
水不溶物的质量分数/%	≤ 0.01	0.02	0.02
硫酸盐 (以 SO_4^{2-} 计) 的质量分数/%	≤ 0.05	0.05	0.10
氯化物 (以 Cl 计) 的质量分数/%	≤ 0.005	0.01	0.01

5 试验方法

5.1 通则

本文件中所用的试剂和水, 在没有注明其他要求时, 均指分析纯试剂和符合GB/T 6682规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品, 在没有注明其他要求时, 均按GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603的规定制备。

5.2 氨基磺酸镍质量分数的测定

5.2.1 丁二酮肟称量法 (仲裁法)

5.2.1.1 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, 丁二酮肟和镍生成丁二酮肟镍沉淀, 经过滤、洗涤、干燥至恒量, 计算出氨基磺酸镍的质量分数。

5.2.1.2 试剂

5.2.1.2.1 氯化铵溶液: 200 g/L。

5.2.1.2.2 酒石酸溶液: 200 g/L。

5.2.1.2.3 丁二酮肟乙醇溶液: 10 g/L。称取 1.0 g 丁二酮肟, 溶解于乙醇 (95%) 中, 并用乙醇 (95%) 稀释至 100 mL。

5.2.1.2.4 氨水溶液: 1+1。

5.2.1.2.5 乙醇 (95%) 溶液: 1+4。

5.2.1.3 仪器

5.2.1.3.1 玻璃砂芯坩埚: 4 号, 容积 30 mL。

5.2.1.3.2 恒温鼓风干燥箱: 能控制温度 105 °C~110 °C。

5.2.1.4 分析步骤

称取约 3 g 试样, 精确至 0.000 1 g, 置于 100 mL 烧杯中, 加 40 mL 水溶解, 移入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

量取10.00 mL上述试液，置于400 mL烧杯中，加水至约150 mL，加入5 mL氯化铵溶液（见5.2.1.2.1）、5 mL酒石酸溶液（见5.2.1.2.2），盖上表面皿，加热至沸，取下冷却至70℃~80℃时，在不断搅拌下缓慢加入30 mL丁二酮肟乙醇溶液（见5.2.1.2.3），滴加氨水溶液（见5.2.1.2.4）调节溶液pH值为8~9（用精密pH试纸检验），再过量1 mL~2 mL。将盛有沉淀的烧杯置于70℃~80℃的水浴中保温1 h，然后用已于105℃~110℃干燥至恒量的玻璃砂芯坩埚（见5.2.1.3.1）过滤，用乙醇（95%）溶液（见5.2.1.2.5）洗涤沉淀4~5次，将玻璃砂芯坩埚连同沉淀放入恒温鼓风干燥箱（见5.2.1.3.2）内于105℃~110℃下干燥2 h，取出放在干燥器中冷却至室温，称量。继续干燥、冷却、称量，直至恒量。

5.2.1.5 试验数据处理

氨基磺酸镍 $[\text{Ni}(\text{NH}_2\text{SO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 的质量分数 ω_1 ，按公式（1）计算：

$$\omega_1 = \frac{(m_2 - m_1) \times 1.1177}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ω_1 ——氨基磺酸镍 $[\text{Ni}(\text{NH}_2\text{SO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 的质量分数，以百分数（%）表示；

m_2 ——玻璃砂芯坩埚和沉淀的质量的数值，单位为克（g）；

m_1 ——玻璃砂芯坩埚的质量的数值，单位为克（g）；

m ——分取试料的质量的数值，单位为克（g）；

1.1177——丁二酮肟镍换算为氨基磺酸镍的系数。

取两次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0.20%。

5.2.2 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）络合滴定法

5.2.2.1 原理

在碱性介质中，以紫脲酸铵为指示剂，用乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液滴定镍，至溶液呈红紫色为终点。

5.2.2.2 试剂

5.2.2.2.1 氨-氯化铵缓冲溶液甲：pH≈10。

5.2.2.2.2 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液：c(EDTA)=0.05 mol/L。

5.2.2.2.3 紫脲酸铵指示剂。

5.2.2.3 分析步骤

称取约4 g试样，精确至0.000 1 g，置于100 mL烧杯中，加40 mL水溶解，移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

量取10.00 mL上述试液，置于250 mL锥形瓶中，加水至约80 mL，加入10 mL氨-氯化铵缓冲溶液甲（见5.2.2.2.1），0.2 g紫脲酸铵指示剂（见5.2.2.2.3），用乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液（见5.2.2.2.2）进行滴定，近终点时缓慢滴定，溶液由黄色变为红紫色即为终点。

5.2.2.4 试验数据处理

氨基磺酸镍 $[\text{Ni}(\text{NH}_2\text{SO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 的质量分数 ω_2 ，按公式（2）计算：

$$\omega_2 = \frac{(V / 1000) cM}{m} \times 100\% = \frac{VcM}{10m} \% \dots\dots\dots (2)$$

式中：

ω_2 ——氨基磺酸镍 $[\text{Ni}(\text{NH}_2\text{SO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 的质量分数，以百分数(%)表示；

V ——滴定消耗乙二胺四乙酸二钠(ETDA)标准滴定溶液(见5.2.2.2.2)的体积的数值，单位为毫升(mL)；

c ——乙二胺四乙酸二钠(ETDA)标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

M ——氨基磺酸镍 $[\text{Ni}(\text{NH}_2\text{SO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol) ($M=322.93$)；

m ——分取试料的质量的数值，单位为克(g)。

取两次平行测定结果的算数平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于0.50%。

5.3 钴质量分数的测定

5.3.1 原理

处于气态的被测元素基态原子对该元素的原子共振辐射有强烈的吸收作用，基态钴原子对作为锐线光源的钴的空心阴极灯所辐射的单色光产生吸收，在一定浓度范围内，其吸光度与试液中该元素的浓度成正比。

5.3.2 试剂

5.3.2.1 盐酸溶液：1+1。

5.3.2.2 钴(Co)标准溶液：1 mg/mL。

5.3.2.3 钴(Co)标准溶液：20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。量取2.00 mL钴标准溶液(见5.3.2.2)置于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液使用时配制。

5.3.3 仪器

原子吸收分光光度计：配有钴空心阴极灯。

5.3.4 分析步骤

5.3.4.1 工作曲线的绘制

取六只100 mL容量瓶，分别加入钴标准溶液(见5.3.2.3)0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL，各加入5 mL盐酸溶液(见5.3.2.1)，用水稀释至刻度，摇匀。

在原子吸收分光光度计上，按仪器工作条件，用空气-乙炔火焰，以不加入钴标准溶液的空白溶液调零，于波长240.7 nm处测量溶液的吸光度。

以上述溶液中钴的质量为横坐标，对应的吸光度值为纵坐标，绘制工作曲线，或根据所得吸光度值计算出线性回归方程。

5.3.4.2 测定

根据产品等级，分别称取约5g(优等品)、2g(一等品)、1g(合格品)氨基磺酸镍，精确至0.0001 g，置于100 mL烧杯中，加40 mL水溶解，移入100 mL容量瓶中，加入5 mL盐酸溶液(见5.3.2.1)，用水稀释至刻度，摇匀。

在原子吸收分光光度计上，按仪器工作条件，用空气-乙炔火焰，以不加入钴标准溶液的空白溶液调零，于波长240.7 nm处，测量溶液的吸光度。从工作曲线上查出或根据线性回归方程计算出被测溶液中钴的质量。

5.3.5 试验数据处理

钴(Co)的质量分数 ω_3 ，按公式(3)计算：

$$\omega_3 = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中：

ω_3 ——钴（Co）的质量分数，以百分数（%）表示；

m_1 ——从工作曲线上查得的或根据线性回归方程计算出的被测溶液中钴的质量的数值，单位为微克（ μg ）；

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）。

取两次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25%。

5.4 铜质量分数的测定

5.4.1 原理

处于气态的被测元素基态原子对该元素的原子共振辐射有强烈的吸收作用，基态铜原子对作为锐线光源的铜的空心阴极灯所辐射的单色光产生吸收，在一定浓度范围内，其吸光度与试液中该元素的浓度成正比。

5.4.2 试剂

5.4.2.1 盐酸溶液：1+9。

5.4.2.2 铜（Cu）标准溶液：100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

5.4.2.3 铜（Cu）标准溶液：20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。量取 20.00 mL 铜标准溶液（见 5.4.2.2）置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液使用时配制。

5.4.3 仪器

原子吸收分光光度计：配有铜空心阴极灯。

5.4.4 分析步骤

5.4.4.1 工作曲线的绘制

取六只 100 mL 容量瓶，分别加入铜标准溶液（见 5.4.2.3）0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL，各加入 5 mL 盐酸溶液（见 5.4.2.1），用水稀释至刻度，摇匀。

在原子吸收分光光度计上，按仪器工作条件，用空气-乙炔火焰，以不加入铜标准溶液的空白溶液调零，于波长 324.7 nm 处测量溶液的吸光度。

以上述溶液中铜的质量为横坐标，对应的吸光度值为纵坐标，绘制工作曲线，或根据所得吸光度值计算出线性回归方程。

5.4.4.2 测定

根据产品等级，分别称取约 5g（优等品）、2g（一等品）、1g（合格品）氨基磺酸镍，精确至 0.0001 g，置于 100 mL 烧杯中，加 40 mL 水溶解，移入 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 盐酸溶液（见 5.4.2.1），用水稀释至刻度，摇匀。

在原子吸收分光光度计上，按仪器工作条件，用空气-乙炔火焰，以不加入铜标准溶液的空白溶液调零，于波长 324.7 nm 处，测量溶液的吸光度。从工作曲线上查出或根据线性回归方程计算出被测溶液中铜的质量。

5.4.5 试验数据处理

铜（Cu）的质量分数 ω_4 ，按公式（4）计算：

$$\omega_4 = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中：

ω_4 ——铜（Cu）的质量分数 ω_4 ，以百分数（%）表示；

m_1 ——从工作曲线上查得的或根据线性回归方程计算出的被测溶液中铜的质量的数值，单位为微克（ μg ）；

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）。

取两次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允许相对偏差不大于30%。

5.5 铁质量分数的测定

5.5.1 原理

处于气态的被测元素基态原子对该元素的原子共振辐射有强烈的吸收作用，基态铁原子对作为锐线光源的铁的空心阴极灯所辐射的单色光产生吸收，在一定浓度范围内，其吸光度与试液中该元素的浓度成正比。

5.5.2 试剂

5.5.2.1 盐酸溶液：1+9。

5.5.2.2 铁（Fe）标准溶液：100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

5.5.2.3 铁（Fe）标准溶液：20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。量取 20.00 mL 铁标准溶液（见 5.5.2.2）置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液使用时配制。

5.5.3 仪器

原子吸收分光光度计：配有铁空心阴极灯。

5.5.4 分析步骤

根据产品等级，分别称取约25g（优等品）、12.5g（一等品）、6g（合格品）氨基磺酸镍，精确至 0.01 g，置于250 mL烧杯中，加100mL水溶解，移入250 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀；此为溶液A。

取六只50mL容量瓶，分别向其中加入25.00mL溶液A、5mL盐酸溶液（见5.5.2.1），再依次加入0mL、1.00mL、2.00mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00mL的铁标准溶液（见5.5.2.3），用水稀释至刻度，摇匀。将原子吸收分光光度计调至最佳工作状态，点燃空气-乙炔火焰，以空白溶液调零，在波长为248.3nm处，分别测定其吸光度。

5.5.5 试验数据处理

以加入的标准溶液中铁的质量为横坐标，相应吸光度为纵坐标，绘制曲线，将曲线反向延长与横坐标相交，交点的质量即为被测溶液中铁的质量。该质量也可根据测定的吸光度用回归方程法计算。

铁（Fe）的质量分数 ω_5 ，按公式（5）计算：

$$\omega_5 = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m/10} \times 100\% \dots\dots\dots (5)$$

式中：

ω_5 ——铁（Fe）的质量分数，以百分数（%）表示；

m_1 ——从曲线上查得的或用线性回归方程计算出的铁的质量的数值，单位为微克（ μg ）；

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）。

取两次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允许相对偏差不大于30%。

5.6 铅质量分数的测定

5.6.1 原理

处于气态的被测元素基态原子对该元素的原子共振辐射有强烈的吸收作用，基态铅原子对作为锐线光源的铅的空心阴极灯所辐射的单色光产生吸收，在一定浓度范围内，其吸光度与试液中该元素的浓度成正比。

5.6.2 试剂

5.6.2.1 盐酸溶液：1+9。

5.6.2.2 铅（Pb）标准溶液：100 μg/mL。

5.6.2.3 铅（Pb）标准溶液：20 μg/mL。量取 20.00 mL 铅标准溶液（见 5.6.2.2）置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液使用时配制。

5.6.3 仪器

原子吸收分光光度计：配有铅空心阴极灯。

5.6.4 分析步骤

5.6.4.1 工作曲线的绘制

取六只 50 mL 容量瓶，分别加入铅标准溶液（见 5.6.2.3）0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL，各加入 5 mL 盐酸溶液（见 5.6.2.1），用水稀释至刻度，摇匀。

在原子吸收分光光度计上，按仪器工作条件，用空气-乙炔火焰，以不加入铅标准溶液的空白溶液调零，于波长 283.3 nm 处测量溶液的吸光度。

以上述溶液中铅的质量为横坐标，对应的吸光度值为纵坐标，绘制工作曲线，或根据所得吸光度值计算出线性回归方程。

5.6.4.2 测定

根据产品等级，分别称取约 5g（优等品）、2g（一等品、合格品）氨基磺酸镍，精确至 0.0001 g，置于 100 mL 烧杯中，加 40 mL 水溶解，移入 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 盐酸溶液（见 5.4.2.1），用水稀释至刻度，摇匀。

在原子吸收分光光度计上，按仪器工作条件，用空气-乙炔火焰，以不加入铜标准溶液的空白溶液调零，于波长 283.3 nm 处，测量溶液的吸光度。从工作曲线上查出或根据线性回归方程计算出被测溶液中 Pb 的质量。

5.6.5 试验数据处理

铅（Pb）的质量分数 ω_6 ，按公式（6）计算：

$$\omega_6 = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (6)$$

式中：

ω_6 ——铅（Pb）的质量分数 ω_6 ，以百分数（%）表示；

m_1 ——从工作曲线上查得的或根据线性回归方程计算出的被测溶液中铅的质量的数值，单位为微克（μg）；

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）。

取两次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允许相对偏差不大于30%。

5.7 锌质量分数的测定

5.7.1 原理

处于气态的被测元素基态原子对该元素的原子共振辐射有强烈的吸收作用，基态锌原子对作为锐线光源的锌的空心阴极灯所辐射的单色光产生吸收，在一定浓度范围内，其吸光度与试液中该元素的浓度成正比。

5.7.2 试剂

5.7.2.1 盐酸溶液：1+9。

5.7.2.2 锌（Zn）标准溶液：100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

5.7.2.3 锌（Zn）标准溶液：20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。量取 20.00 mL 锌标准溶液（见 5.7.2.2）置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液使用时配制。

5.7.3 仪器

原子吸收分光光度计：配有锌空心阴极灯。

5.7.4 分析步骤

5.7.4.1 工作曲线的绘制

取六只 100 mL 容量瓶，分别加入锌标准溶液（见 5.7.2.3）0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL，各加入 5 mL 盐酸溶液（见 5.7.2.1），用水稀释至刻度，摇匀。

在原子吸收分光光度计上，按仪器工作条件，用空气-乙炔火焰，以不加入锌标准溶液的空白溶液调零，于波长 213.85 nm 处测量溶液的吸光度。

以上述溶液中锌的质量为横坐标，对应的吸光度值为纵坐标，绘制工作曲线，或根据所得吸光度值计算出线性回归方程。

5.7.4.2 测定

根据产品等级，分别称取约 5g（优等品）、2g（一等品）、1g（合格品）氨基磺酸镍，精确至 0.0001 g，置于 100 mL 烧杯中，加 40 mL 水溶解，移入 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 盐酸溶液（见 5.7.2.1），用水稀释至刻度，摇匀。

在原子吸收分光光度计上，按仪器工作条件，用空气-乙炔火焰，以不加入锌标准溶液的空白溶液调零，于波长 213.85 nm 处测量溶液的吸光度。从工作曲线上查出或根据线性回归方程计算出被测溶液中锌的质量。

5.7.5 试验数据处理

锌（Zn）的质量分数 ω_z ，按公式（7）计算：

$$\omega_z = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (7)$$

式中：

ω_z ——锌（Zn）的质量分数 ω_z ，以百分数（%）表示；

m_1 ——从工作曲线上查得的或根据线性回归方程计算出的被测溶液中锌的质量的数值，单位为微克（ μg ）；

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）。

取两次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15%。

5.8 钙质量分数的测定

5.8.1 原理

处于气态的被测元素基态原子对该元素的原子共振辐射有强烈的吸收作用，基态钙原子对作为锐线光源的钙的空心阴极灯所辐射的单色光产生吸收，在一定浓度范围内，其吸光度与试液中该元素的浓度成正比。

5.8.2 试剂

5.8.2.1 盐酸溶液：1+9。

5.8.2.2 钙（Ca）标准溶液：100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

5.8.2.3 钙（Ca）标准溶液：20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。量取 20.00 mL 钙标准溶液（见 5.8.2.2）置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液使用时配制。

5.8.3 仪器

原子吸收分光光度计：配有钙空心阴极灯。

5.8.4 分析步骤

5.8.4.1 工作曲线的绘制

取六只 100 mL 容量瓶，分别加入钙标准溶液（见 5.8.2.3）0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5 mL，各加入 5 mL 盐酸溶液（见 5.8.2.1），用水稀释至刻度，摇匀。

在原子吸收分光光度计上，按仪器工作条件，用空气-乙炔火焰，以不加入钙标准溶液的空白溶液调零，于波长 422.67 nm 处测量溶液的吸光度。

以上述溶液中钙的质量为横坐标，对应的吸光度值为纵坐标，绘制工作曲线，或根据所得吸光度值计算出线性回归方程。

5.8.4.2 测定

根据产品等级，分别称取约 5g（优等品）、2g（一等品）、1g（合格品）氨基磺酸镍，精确至 0.0001 g，置于 100 mL 烧杯中，加 40 mL 水溶解，移入 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 盐酸溶液（见 5.8.2.1），用水稀释至刻度，摇匀。

在原子吸收分光光度计上，按仪器工作条件，用空气-乙炔火焰，以不加入钙标准溶液的空白溶液调零，于波长 422.67 nm 处测量溶液的吸光度。从工作曲线上查出或根据线性回归方程计算出被测溶液中钙的质量。

5.8.5 试验数据处理

钙（Ca）的质量分数 ω_s ，按公式（8）计算：

$$\omega_s = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (8)$$

式中：

ω_s ——钙（Ca）的质量分数，以百分数（%）表示；

m_1 ——从工作曲线上查得的或根据线性回归方程计算出的被测溶液中钙的质量的数值，单位为微克（ μg ）；

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）。

取两次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20%。

5.9 镁质量分数的测定

5.9.1 原理

处于气态的被测元素基态原子对该元素的原子共振辐射有强烈的吸收作用，基态镁原子对作为锐线光源的镁的空心阴极灯所辐射的单色光产生吸收，在一定浓度范围内，其吸光度与试液中该元素的浓度成正比。

5.9.2 试剂

5.9.2.1 盐酸溶液：1+9。

5.9.2.2 镁（Mg）标准溶液：100 μg/mL。

5.9.2.3 镁（Mg）标准溶液：20 μg/mL。量取 20.00 mL 镁标准溶液（见 5.9.2.2）置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液使用时配制。

5.9.3 仪器

原子吸收分光光度计：配有镁空心阴极灯。

5.9.4 分析步骤

5.9.4.1 工作曲线的绘制

取六只100 mL容量瓶，分别加入镁标准溶液（见5.9.2.3）0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50mL，各加入5 mL盐酸溶液（见5.9.2.1），用水稀释至刻度，摇匀。

在原子吸收分光光度计上，按仪器工作条件，用空气-乙炔火焰，以不加入镁标准溶液的空白溶液调零，于波长285.21nm处测量溶液的吸光度。

以上述溶液中镁的质量为横坐标，对应的吸光度值为纵坐标，绘制工作曲线，或根据所得吸光度值计算出线性回归方程。

5.9.4.2 测定

根据产品等级，分别称取约5g（优等品）、2g（一等品）、1g（合格品）氨基磺酸镍，精确至0.0001 g，置于100 mL烧杯中，加40 mL水溶解，移入100 mL容量瓶中，加入5 mL盐酸溶液（见5.9.2.1），用水稀释至刻度，摇匀。

在原子吸收分光光度计上，按仪器工作条件，用空气-乙炔火焰，以不加入镁标准溶液的空白溶液调零，于波长285.21 nm处测量溶液的吸光度。从工作曲线上查出或根据线性回归方程计算出被测溶液中镁的质量。

5.9.5 试验数据处理

镁（Mg）的质量分数 ω_g ，按公式（9）计算：

$$\omega_g = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (9)$$

式中：

ω_g ——镁（Mg）的质量分数，以百分百（%）表示；

m_1 ——从工作曲线上查得的或根据线性回归方程计算出的被测溶液中镁的质量的数值，单位为微克（μg）；

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）。

取两次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15%。

5.10 水不溶物质量分数的测定

5.10.1 原理

试料用水溶解后，不溶性残渣经过滤、洗涤、干燥及称量，即可求出水不溶物的质量分数。

5.10.2 仪器

5.10.2.1 玻璃砂芯坩埚：4号，容积30 mL。

5.10.2.2 恒温鼓风干燥箱：能控制温度105℃~110℃。

5.10.3 分析步骤

称取约20 g试样，精确至0.01 g，置于200 mL烧杯中，加100 mL温水溶解，冷却至室温，然后用已于105℃~110℃干燥至恒量的玻璃砂芯坩埚（见5.10.2.1）过滤，用50℃~70℃热水洗涤滤渣至滤液无色，将带有残渣的玻璃砂芯坩埚放入恒温鼓风干燥箱（见5.10.2.2）内于105℃~110℃下干燥1.5 h，取出放在干燥器中冷却至室温，称量。继续干燥、冷却、称量，直至恒量。

5.10.4 试验数据处理

水不溶物的质量分数 ω_{10} ，按公式（10）计算：

$$\omega_{10} = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100\% \quad (10)$$

式中：

ω_{10} ——水不溶物的质量分数，以百分数（%）表示；

m_2 ——玻璃砂芯坩埚和残渣的质量的数值，单位为克（g）；

m_1 ——玻璃砂芯坩埚的质量的数值，单位为克（g）；

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）。

取两次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0.004%。

5.11 硫酸盐质量分数的测定

5.11.1 原理

硫酸根与钡离子在酸性介质中生成白色的硫酸钡沉淀，在乙醇溶液中形成浑浊液，与标准浑浊液进行目视比浊。

5.11.2 试剂

5.11.2.1 乙醇（95%）。

5.11.2.2 盐酸溶液：1+1。

5.11.2.3 氯化钡溶液：250 g/L。

5.11.2.4 不含硫酸盐的氨基磺酸镍溶液：称取5.0 g试样，精确至0.01 g，置于100 mL烧杯中，加40 mL水，搅拌至溶解，加20 mL乙醇（95%）（见5.11.2.1）、2 mL盐酸溶液（见5.11.2.2）、8 mL氯化钡溶液（见5.11.2.3），用水稀释至100 mL，摇匀。放置12 h~18 h，过滤，收集滤液。此溶液使用期不超过一个月，使用前过滤。

5.11.2.5 硫酸盐（以 SO_4^{2-} 计）标准溶液：100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

5.11.3 分析步骤

5.11.3.1 标准比浊溶液的制备

取10mL不含硫酸根的氨基磺酸镍溶液（见5.11.2.4）两份于25mL比色管中，根据产品等级，分别加入2.5mL（优等品、一等品）、5.0mL（合格品）硫酸盐标准溶液，加入3mL乙醇（95%）、0.8mL盐酸溶液，在不断摇动下滴加1.2mL氯化钡溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

5.11.3.2 测定

称取5g试样，精确至0.001 g，置于100 mL烧杯中，加40 mL水溶解，移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

量取10.00 mL上述试液，置于25 mL比色管中，加5 mL乙醇（95%）（5.11.2.1），1 mL盐酸溶液（5.11.2.2），在不断摇动下滴加2 mL氯化钡溶液（5.11.2.3），用水稀释至刻度，摇匀，与同体积标准比浊溶液同时同样处理。

将试液与标准比对溶液同时放置10min进行目视比浊。

优等品、一等品试液所呈浊度不得大于含2.5mL硫酸盐标准溶液的标准比对溶液，合格品试液所呈浊度不得大于含5mL硫酸盐标准溶液的标准比对溶液。

5.12 氯化物质量分数的测定

5.12.1 原理

氯离子与银离子在酸性介质中生成白色的氯化银沉淀，对此混浊液进行目视比浊。

5.12.2 试剂

5.12.2.1 硝酸溶液：1+3。

5.12.2.2 硝酸银溶液：17 g/L。

5.12.2.3 不含氯化物的氨基磺酸镍溶液：称取 1.0 g 试样，精确至 0.001 g，置于 250 mL 烧杯中，加 40 mL 热水，搅拌至溶解，加 10 mL 硝酸溶液（见 5.12.2.1），5 mL 硝酸银溶液（见 5.12.2.2），用水稀释至 100 mL，摇匀。放置 12 h~18 h，过滤，收集滤液。此溶液使用期不超过一个月，使用前过滤。

5.12.2.4 氯化物（以 Cl⁻计）标准溶液：100 μg/mL。

5.12.2.5 氯化物（以 Cl⁻计）标准溶液：10 μg/mL。量取 10.00 mL 氯化物标准溶液（见 5.12.2.4）置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液使用时配制。

5.12.3 分析步骤

5.12.3.1 标准比浊溶液的制备

取10.00mL不含氯化物的氨基磺酸镍溶液（见5.12.2.3）于25mL比色管中，根据产品等级预判分别加入0.5mL（优等品）、1mL（一等品、合格品）氯标准溶液，加1.0mL硝酸溶液（见5.12.2.1）、0.5mL硝酸银溶液（见5.12.2.2），用水稀释至刻度，摇匀。

5.12.3.2 测定

称取1 g试样，精确至0.001 g，置于100 mL烧杯中，加40 mL水溶解，移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

量取10.00 mL上述试液，置于25 mL比色管中，加2.0mL硝酸溶液（见5.12.2.1）、1.0mL硝酸银溶液（见5.12.2.2），用水稀释至刻度，摇匀，与同体积标准比浊溶液同时同样处理。

将试液与标准比对溶液同时放置10min进行目视比浊。

优等品试液所呈浊度不得大于含0.5mL氯化物标准溶液的标准比对溶液，一等品、合格品试液所呈浊度不得大于含1.0mL氯化物标准溶液的标准比对溶液。

6 检验规则

6.1 工业用氨基磺酸镍应由生产厂的质量监督检验部门负责按批检验，每批产品的批量不大于5t，生产厂应保证每批出厂的产品符合本文件的要求。每批出厂产品都应附有质量证明书，其内容包括：产品名称、产品等级、生产厂名、厂址、批号、本文件编号等。

6.2 本文件要求中的全部指标项目为型式检验项目，其中外观、镍含量、铁含量、钙含量为出厂检验项目。正常情况下每个季度进行一次型式检验，有下列情况之一也应进行型式检验：

- a) 原辅材料来源发生变化，可能影响产品质量时；
- b) 停产三个月，恢复生产时；
- c) 国家质量监督机构提出进行型式检验的要求时。

6.3 使用单位有权按照本文件的规定对收到的工业用氨基磺酸镍进行验收，核准其质量指标是否符合本文件的要求，验收应在到货之日起的一个月内进行。当供需双方对产品质量发生异议时，应由有资质的检验机构仲裁检验。

6.4 检验用的样品，应随机采样。采样按GB/T 6678和GB/T 6679的规定进行。所取出样品的总量约为2kg，并混合均匀，然后用四分法缩分至约500g，立即装入两个清洁、干燥的磨口瓶中，瓶上应贴有标签，注明产品名称、生产厂名、批号、采样日期、采样者姓名等。一瓶用于检验，一瓶作为保留样。

6.5 检验结果按GB/T 8170中规定的修约值比较法判定是否符合本文件。若检验结果有一项指标不符合本文件的要求，应重新自两倍量的包装中或取样点上取样复验，复验结果即使有一项指标不符合本文件的要求，则整批产品为不合格。

7 标志、包装、运输、贮存和安全

7.1 工业用氨基磺酸镍的包装上应有明显、牢固的标志，内容包括：产品名称、产品等级、生产厂名、厂址、商标、净含量、批号、本文件编号和符合GB/T 191规定的“怕雨”及“怕晒”标志。

7.2 工业用氨基磺酸镍采用下列包装方式：

- a) 袋装：内包装为聚乙烯塑料袋，外包装为复合塑料编织袋。内袋扎紧或热合封口，应严密不漏；外袋用维尼龙绳或其它质量相当的线缝口，缝线整齐，针距均匀，无漏缝或跳线现象。每袋净含量25kg。或根据用户要求包装。
- b) 桶装：内包装为聚乙烯塑料袋，外包装为纸板桶。内袋扎紧或热合封口，应严密不漏；外包装桶口应完全密封。每桶净含量25kg。或根据用户要求包装。

7.3 工业用氨基磺酸镍在运输过程中应有遮盖物，防止包装损坏、日晒雨淋。

7.4 工业用氨基磺酸镍应贮存于有顶盖的阴凉、干燥、通风良好的场所或仓库内，防止受潮、暴晒。

7.5 工业用氨基磺酸镍性质稳定，遇火不燃烧，其主要危害为金属镍的重金属污染。如不慎误食，请立即诱导呕吐，直到呕吐干净为止，并去看医生。