ICS 77.150.40

CCS H 62

**YS**

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 277-202X

代替 YS/T 277-2016

氧化亚镍

Nickel monoxide

（草案）

202X-XX-XX实施

发 布

中华人民共和国工业和信息化部

202X-XX-XX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YS/T 227–2016《氧化亚镍》，与YS/T 227–2016相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

a)更改了产品分类，增加了NiO780牌号（见第4章，2016年版的3.1）；

b)更改了产品化学成分的要求，增加了NiO780牌号化学成分要求；将杂质元素Ca、Mg、Na总含量为Ca、Mg、Na单个元素含量；增加了产品Mn含量的要求（见5.1，2016年版的3.2）；

c)更改了更改了产品化学成分的试验方法（见6.1，2016年版的4.1和4.2）；

d)；

e)。

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。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——YS/T 227–1994、YS/T 227–2009、YS/T 227–2016；

——GB/T 8633–1988。

——本次为第四次修订。

氧化亚镍

1 范围

本文件规定了氧化亚镍（NiO）的要求、试验方法、检验规则、包装、标志、运输、贮存、随行文件和订货单内容。

本文件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、电池的氧化亚镍；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 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

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 产品分类

产品按化学成分分为5个牌号,分别为NiO780、NiO770、NiO765、NiO760、NiO750。

5 技术要求

5.1 化学成分

产品化学成分应符合表1的规定。

表1 化学成分

|  |  |
| --- | --- |
| 牌号 | 化学成分（质量分数）/％ |
| Ni不小于 | 杂质含量，不大于 |
| Co | Cu | Fe | Zn | S | Cd | Ca | Mg | Na | 盐酸不溶物 | Mn |
| NiO780 | 78.0  | 0.01  | 0.005  | 0.01  | 0.001  | 0.01 | 0.0005  | 0.02  | 0.02  | 0.10  | 0.10  | 0.001 |
| NiO770 | 77.0  | 0.05  | 0.01  | 0.05  | 0.005  | 0.01 | 0.0005  | 0.04  | 0.04  | 0.20  | 0.10  | 0.002 |
| NiO765 | 76.5  | 0.15  | 0.05  | 0.10  | 0.050  | 0.03 | 0.0010  | 0.10  | 0.10  | 0.30  | 0.20  | 0.005 |
| NiO760 | 76.0 | 0.2 | 0.1 | 0.15 | 0.1 | 0.05 | 0.0015 | 0.2 | 0.2 | 0.5 | 0.3 | 0.01 |
| NiO750 | 75.0 | 0.5 | 0.2 | 0.2 | 0.2 | 0.15 | 0.002 | 0.3 | 0.3 | 0.8 | 0.4 | 0.05 |

5.2 外观质量

产品为绿色或灰绿色粉末。同一批次产品的色泽须应保持一致,不应有其他外来夹杂物。

5.3 粒度

通过0.154mm（100目）筛余物的质量分数不大于0.02%。

5.4 其他

需方如对产品有特殊要求，可由供需双方协商确定并在订货单中注明。

6 试验方法

6.1 化学成分

6.1.1 产品中镍含量的测定按照附录A或附录B的规定进行，仲裁时，按附录A的规定进行。

6.1.2 产品中铜、铁、锌、钙、镁、钠、钴、镉、硫、锰含量的测定按照附录C的规定进行。

6.1.3产品中盐酸不溶物量的测定按照附录D的规定进行。

6.2 外观质量

产品的外观质量由目视检查。

6.3 粒度

称取lOOg试料于0.154mm(100目)筛子里，用流水冲洗，并用软毛刷刷至流水清澈为止，将残余物烘干、称量。残余物的量即为不通过0.154mm筛子的量。

产品通过0.154mm（lO0目）筛余物质量分数按式(1)计箅:

**…………（1）**

平行测定两结果之差不大于0.1％。

7 检验规则

7.1 检查和验收

7.1.1 产品由供方或第三方检验，产品质量应符合本文件的规定及订货单要求。

7.1.2 需方可对收到的产品按本文件的规定进行检验。如检验结果与本文件的规定及订货单要求不符，可在收到产品之日起15 d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。

7.2 组批

每批产品应由同一系统、同一生产周期产出的同一牌号产品组成，单批重量不大于10吨。

7.3 检验项目

每批产品应进行化学成分、外观质量、粒度的检验。

7.4 取样与制样

7.4.1仲裁取样数量按表2的规定确定。

表2仲裁取样数量

|  |  |
| --- | --- |
| 总体物料的单元数 | 选取的最少单元数 |
| 1～10 | 全部单元 |
| 11～49 | 11 |
| 50～64 | 12 |
| 65～81 | 13 |
| 82～101 | 14 |
| 102～125 | 15 |
| 126～151 | 16 |
| 152～181 | 17 |
| 182～216 | 18 |
| 217～254 | 19 |
| 255～296 | 20 |
| 297～343 | 21 |
| 344～394 | 22 |
| 395～450 | 23 |
| 461～512 | 24 |

7.4.2 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。

7.4.3 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℃烘箱中烘至恒量（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。

7.5 检验结果的判定

7.5.1 检验结果的数值按 GB/T 8170的规定进行修约，并采用修约值比较法判定。

7.5.2 产品化学成分或粒度不符合本文件规定及订货单要求时，应从该批产品中另取双倍数量的试样进行重复试验，重复试验结果全部合格，判该批产品合格。若重复试验结果仍有项目不合格，判该批产品不合格。。

7.5.3 产品外观质量不符合本文件的规定及订货单要求时，判该批产品不合格。

8 标志、包装、运输、贮存及随行文件

8.1 标志

产品外包装应印有产品名称、商标、批号、净含量、生产厂家名称、生产厂家地址，并有“防潮”“堆积限制”“向上”字样或标志。

8.2 包装、运输、贮存

8.2.1 包装

产品应采用塑料袋密封或用塑料袋密封后置于塑料桶（或铁桶）中,每袋或每桶净含量为25kg。如用户有特殊要求时,供需双方可另行协商解决。

8.2.2 运输

产品运输时应小心轻放,防刮、防撞击、滚动和倒置，应与其他物品分开堆放。

8.2.3 贮存

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

8.3 随行文件

每批产品应附有随行文件，其中除应包括供方信息、产品信息、本文件编号、出厂日期或包装日期外，还宜包括：

a）产品质量保证书，内容如下：

· 产品的主要性能及技术参数；

· 产品特点（包括制造工艺及原材料的特点）；

· 对产品质量所负的责任；

· 产品获得的质量认证及带供方质量部门检印的各项分析检验结果。

b）产品合格证，内容如下：

· 检验项目及其结果或检验结论；

· 批量或批号；

· 检验日期；

· 检验员签名或盖章。

c）产品质量控制过程中的检验报告及成品检验报告。

d）产品使用说明：正确搬运、使用、贮存方法等。

e）其他。

9 订货单内容

需方可根据自身的需要，在订购本文件所规定产品的订货单内列出如下内容：

a）产品名称；

b）产品牌号；

c）化学成分及物理性能要求；

d）净重和件数；

e）本文件编号；

f）本文件中供需双方协商的其他特殊要求；

g）其他。

附 录 A

（规范性）

氧化亚镍中镍含量的测定 重量法

A.1 原理

在氢氧化铵-绿化铵的微氨性溶液中，镍与丁二酮肟生成红色沉淀。将沉淀在110℃烘干、称重。

A.2 试剂

除非另有说明，在分析过程中仅使用认可的分析纯试剂以及蒸馏水或相当纯度的水。

A.2.1 硝酸（1+1）。

A.2.2 盐酸（1+1）。

A.2.3 酒石酸溶液（400g/L）。

A.2.4 氯化铵溶液（400g/L）。

A.2.5 乙醇溶液（1+4）。

A.2.6 氨水（1+1）。

A.2.7 丁二酮肟乙醇溶液（10g/L）。

A.3 仪器设备

A.3.1 电热恒温干燥箱：温度能控制110℃±2℃。

A.3.2 G3玻璃坩埚：滤板孔径5um～15um。

A.4 试验步骤

A.4.1 称取1.00g样品，精确至0.0001g，于250mL烧杯中，加入80mL盐酸（A.2.2），2mL硝酸（A.2.1），加热溶解完全，取下冷却，移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

A.4.2 吸取10mL试液（A.4.1）于500mL三角杯中，加水250mL，加入10mL氯化铵溶液（A.2.4），加入10mL酒石酸溶液（A.2.3）加热煮沸，取下，用水洗涤表皿和杯壁，用氨水（A.2.6）调节至pH值为5左右，在不断搅拌下（溶液温度控制在80℃左右），缓缓加入50mL丁二酮肟乙醇溶液（A.2.7），滴加氨水（A.2.6）至pH值为8～9,使丁二酮肟镍沉淀完全，再过量1mL～2mL，在70℃～80℃处保温30min，将沉淀用已恒量的G3玻璃坩埚（A.3.2）抽滤，用乙醇溶液（A.2.5）洗涤沉淀全部移入G3玻璃坩埚内，并洗涤3次～4次，将带沉淀的坩埚于110℃烘箱（A.3.1）中烘1h，置于干燥器中冷却称至恒量。

A.5 试验数据处理

镍含量以镍的质量分数*w*Ni计，按公式（A.1）计算：



%………………………（A.1）

式中：

*m*1—G3玻璃坩埚与沉淀质量,单位为克（g）；

*m*2—G3玻璃坩埚质量,单位为克（g）；

*m*—试料质量,单位为克（g）；

0.2031—丁二酮肟镍换算成镍的系数。

平行测定两结果之差不大于0.50%。

附 录 B

（规范性）

氧化亚镍中镍含量的测定 络合滴定法

B.1 原理

以氟化铵、酒石酸钾钠溶液、硫代硫酸钠溶液掩蔽溶液中的钙、镁、铜、铁等杂质，在PH值为8—9的氨性介质中，以紫脲酸铵为指示剂，用EDTA标准滴定溶液滴定至溶液呈稳定紫红色为终点。

B.2 试剂

B.2.1 盐酸溶液（1+1）。

B.2.2 硝酸溶液（1+1）。

B.2.3 氟化铵(GR 500g)。

B.2.4 氨水溶液（7.5 moL/L）。

B.2.5 酒石酸钾钠溶液（100g/L）。

B.2.6 硫代硫酸钠溶液（100g/L）。

B.2.7 紫脲酸铵指示剂(1+100)：称取1g紫脲酸铵与105℃~110℃烘干2h的100g氯化钠在研体中混匀研细。

B.2.8 EDTA标准滴定溶液：c（EDTA）≈0.02mol/L，取实际标定浓度。

B.3 试验步骤

B.3.1 称取0.5g样品（精确至0.0002g）,置于250mL烧杯中，加入30mL盐酸溶液（B.2.1）（6moL/L），2mL硝酸（B.2.2）（8moL/L），加热至溶解完全，冷却至室温，移入200mL容量瓶，用水稀释至刻度，混匀，此溶液为A。

B.3.2 移取10.00mL A溶液于500 mL三角烧杯中，加入50mL水、1g~2g氟化铵（B.2.3）、5mL硫代硫酸钠（B.2.6）、5mL酒石酸钾钠（B.2.5）、0.1g紫脲酸铵指示剂（B.2.7），滴加氨水（B.2.4）至溶液变黄，用EDTA标准溶液滴定溶液至橙黄色，再滴加氨水至溶液变黄，继续用EDTA标准溶液滴定，如此反复几次，直至溶液呈紫红色为止。

B.4 试验数据处理

 镍含量以镍的质量分数*w*Ni计，按公式（B.1）计算：

 ……………（B.1）

式中：

c----EDTA标准滴定溶液之物质的量浓度（mol/L）；

 V----消耗EDTA标准滴定溶液体积（mL）；

 m----称取的试料量（g）；

 M----镍的摩尔质量（g/mol）；

 0.996----钴的质量换算为镍的质量分数的系数；

 w(Co) ----试样中钴的质量分数。

B.5 允许差

取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0.4%。

附 录 C

（规范性）

氧化亚镍中铜、铁、锌、钙、镁、钠、钴、镉、硫、锰含量的测定

电感耦合等离子体发射光谱仪法

C.1 方法提要

用盐酸加数滴硝酸溶解试验，使用电感耦合等离子体发射光谱仪（ICP），在酸性介质中，采用标准加入法于各元素所对应的波长处测定其质量浓度。

C.2 试剂

除非另有说明，在分析过程中仅使用认可的分析纯试剂以及蒸馏水或相当纯度的水。

C.2.1 盐酸（*ρ*＝1.19g/mL）。

C.2.2 盐酸（1+1）。

C.2.3 硝酸（*ρ*＝1.43g/mL）。

C.2.4 硝酸（1+1））。

C.2.5 铜标准贮存溶液：称取1.0000g铜（*w*cu≥99.9％）置于250mL烧杯中，加入30mL硝酸(C.2.3),盖上表面皿，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，冷却至室温，移入1000mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1.O mg铜。

C.2.6 铁标准贮存溶液：称取1.0000g铁（质量分数≥99.9％）置于250mL烧杯中，加人30mL盐酸(C.2.1)，盖上表皿，置于电热板上低温加热到完全溶解，加人5mL硝酸(C.2.3)，微沸，取下，用水洗涤杯壁及表皿，冷到室温，移入lO00mL容量瓶中，以水稀释到刻度，混匀。此溶液1mL含1.O mg铁。

C.2.7 锌标准贮存溶液：称取1.0000g纯锌(质量分数≥99.9％)置于250mL烧杯中，加人30mL盐酸(C.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1000mL容量瓶中，以水稀释到刻度，混匀。此溶液1mL含l.O mg锌。

C.2.8 钙标准贮存溶液：称取2.5000g经110℃烘干后的优级纯碳酸钙（CaCO3）于250mL烧杯中，加人20mL盐酸(C.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1000mL容量瓶中，以水稀释到刻度，混匀。此溶液1mL含1.O mg钙。

C.2.9 镁标准贮存溶液：称取1.0000g纯镁(质量分数≥99.9％)于250mL烧杯中，加人50mL水，分次加人20mL盐酸(C.2.2)，盖上表皿，置于电热板上低温加热到完全溶解，加人1mL硝酸(C.2.4)，煮沸，取下，用水洗涤杯壁及表皿，冷到室温，移入1000mL容量瓶中，以水稀释到刻度，混匀。此溶液1mL含1.O mg镁。

C.2.10 钠标准贮存溶液：称取2.5420g经110℃烘干后的优级纯氛化钠(NaCl)于250mL烧杯中，加入100mL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1000mL容量瓶中，以水稀释到刻度，混匀。此溶液1mL含1.O mg钠。

C.2.11 钴标准贮存溶液：称取1.0000g纯钴(质量分数≥99.95％)，置于250mL烧杯中，加人30mL硝酸(C.2.4)，盖上表皿，低温加热溶解，煮沸驱除氮的氧化物，取下，冷却，移入1000mL容量瓶中，以水定容。此溶液1mL含1mg钴。

C.2.12 镉标准贮存溶液：称取1.0000g金属镉(质量分数≥99.9％)，置于400mL烧杯中，加入30mL硝酸(C.2.4)，盖上表皿，低温加热溶解，煮沸驱除氮的氧化物，取下，冷却，移入1000mL容量瓶中，以水定容。此溶液1mL含1mg镉。

C.2.13 硫标准储备液：准确称取4.4375克于105-110℃烘干至恒重的无水硫酸钠，溶于水，定容于1000mL的容量瓶中，摇匀。此溶液1mL含硫1mg。

C.2.14 锰标准贮存溶液：将1000 ug/mL的Mn元素的储备液，逐级稀释至10 ug/mL，备用。

C.2.15 混合标准使用液：依次分取1000微克/毫升的Co、Cu、Fe、Zn、Ca、Mg、Cd、Mn元素储备液10.00毫升于同一个100毫升的容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，此溶液为1mL含有Co、Cu、Fe、Zn、Ca、Mg、Cd、Mn元素100微克。再分取该溶液10.00毫升于另一个100毫升的容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，此溶液为1mL含有Co、Cu、Fe、Zn、Ca、Mg、Cd、Mn元素10微克，备用。钠标准液：从1000微克/毫升的储备液中，稀释至100微克/毫升，备用。硫标准液：将1000微克/毫升的硫标准储备液稀释至100微克/毫升，备用。

C.2.16 基体溶液的制备

称取成分接近的氧化亚镍25克（准确至0.1g）于500毫升烧杯中，加入300mL盐酸溶液（C.2.2），2mL硝酸溶液（C.2.4），加热溶解，试样溶解完全，冷却至室温，移入1000mL容量瓶，定容、摇匀，备用。

C.2.17 工作曲线的制备：

a)工作曲线1：混合标准系列，分取基体溶液10.00毫升5份，分别置于5个100毫升容量瓶中，依次加入混合标准使用液（10 ug/mL）0.00、1.00、2.00、4.00、8.00毫升，用水定容，摇匀，此系列溶液分别含Co、Cu、Fe、Zn、Ca、Mg、Cd、Mn 0.0ug/mL、0.1ug/mL、0.2ug/mL、0.4ug/mL、0.8ug/mL。

b)工作曲线2：钠标准系列，分取基体溶液10.00毫升5份，分别置于5个100毫升容量瓶中，依次加入钠标准使用液（100 ug/mL）0.00、0.50、1.00、2.00、4.00毫升，用水定容，摇匀，此系列溶液分别含Na 0.0ug/mL、0.5ug/mL、1.0ug/mL、2.0ug/mL、4.0ug/mL。

c) 工作曲线3：硫标准系列，分别向3个100毫升容量瓶中，依次加入硫标准使用液（100 ug/mL）0.00、2.00、5.00、10.00毫升，用水定容，摇匀。此系列溶液分别含硫 0.00 ug/mL、 2.00ug/mL、5.00ug/mL、10.00ug/mL。

C.3 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪。推荐分析谱线见表C.1。

表C.1元素推荐谱线

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 谱线nm | 元素 | 谱线nm |
| 钴 | 238.892 | 钙 | 393.366 |
| 铜 | 324.754 | 镁 | 279.553 |
| 铁  | 259.940 | 镉 | 214.438 |
| 锌 | 206.300 | 硫 | 182.034 |
| 钠 | 589.592 | 锰 | 257.610 |

C.4 分析步骤

C.4.1 试样制备：称取氧化亚镍试样0.5g（精确至0.0002g）、置于250mL烧杯中，加入30mL盐酸溶液（6moL/L），2mL硝酸溶液（8moL/L），加热至溶解完全，冷却至室温，移入200mL容量瓶，定容、摇匀，待测。随同试样做试样空白试验。

C.4.2 分析谱线：推荐按表C.1进行设置。

C.4.3 测试：点燃等离子体火焰，预热15min，在各元素选定的波长处，依次测试工作曲线标准系列1和2，依次测试工作曲线标准系列1和2，以各待测元素浓度为横坐标，相应强度值为纵坐标，绘制各元素的工作曲线（r>0.999），曲线的反向延长线与横坐标的交点待测元素的质量浓度，由计算机自动给出各元素的质量浓度。

C.5 分析结果计算与表述：

 按下式计算试料中各杂质元素的质量分数，数值以％表示，按式（C.1）计算：



 ……………………(C.1)

式中：ρ----测得的元素浓度,ug/mL；

m----试料量，g

C.6 允许差

取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应在下表C.2所列允许差范围之内：

**表C.2允许差范围**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 0.0001-0.001% | 0.001-0.01% | 0.01-0.1% |
| Co | 0.0002 | 0.002 | 0.015 |
| Cu | 0.0002 | 0.0005 | 0.01 |
| Fe | 0.0003 | 0.002 | 0.015 |
| Zn | 0.0003 | 0.0005 | 0.01 |
| Ca | 0.001 | 0.002 | 0.015 |
| Mg | 0.0003 | 0.002 | 0.01 |
| Na | 0.0005 | 0.002 | 0.02 |
| Cd | 0.0002 | 0.0005 | 0.01 |
| S | 0.0005 | 0.002 | 0.015 |
| Mn | 0.0002 | 0.0005 | 0.01 |

附 录 D

（规范性）

氧化亚镍中盐酸不溶物量的测定 重量法

D.1 方法提要

试料用盐酸溶解，将不溶之物抽滤于G3（5-15um）玻璃坩埚中并在110℃烘干，称量。

D.2 试剂

除非另有说明，在分析过程中仅使用认可的分析纯试剂以及蒸馏水或相当纯度的水。

D.2.1 盐酸（1+1）。

D.3 仪器设备

A.3.1 电热恒温干燥箱：温度能控制110℃±2℃。

A.3.2 G3玻璃坩埚：滤板孔径5um～15um。

D.4 分析步骤

D.4.1 称取2.000g试样于250mL带冷凝器三角杯中，加入50mL盐酸溶液（D.2.1）低温加热至沸，并保持微沸状态2h，加水稀释至100mL。

D.4.2 用恒量的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℃～110℃烘箱内烘1h，置于干燥器中冷却，称至恒量。

D.5 分析结果的计算

盐酸不溶物含量以其质量分数W盐酸不容物计，数值以％表示，按式（D.1）计算：

……………………(D.1)

式中：

m1—玻璃坩埚与残渣量,单位为克（g）；

m2—玻璃坩埚质量,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％。