

电 解 镍 粉

GB 5247-85

Electrolytic nickel powder

本标准适用于电解法制得的镍粉,或通氢还原退火处理得到的电解-还原镍粉。本产品主要用于原子能工业、碱性蓄电池、电工合金、高温高强度合金、催化剂以及粉末冶金添加剂等。

1 品种和规格

1.1 镍粉按其化学成分和物理性能分为FND-1、FND-2和FND-3三个牌号。其中FND-1为电解镍粉,FND-2和FND-3为电解-还原镍粉。

2 技术要求

2.1 化学成分

化学成分应符合表1的规定。

表 1

产 品 牌 号			FND-1	FND-2	FND-3
化 学 成 分 , %	Ni + Co 不小于		99.8	99.5	99.5
	其中: Co 不大于		0.005	0.1	0.1
	杂 质 含 量 不 大 于	Zn	0.002	0.002	0.002
		Mg	0.002	0.015	0.015
		Pb	0.002	0.002	0.002
		Mn	0.002	0.03	0.03
		Si	0.005	0.01	0.01
		Al	0.005	—	—
		Bi	0.001	—	—
		As	0.001	—	—
		Cd	0.001	—	—
		Sn	0.001	—	—
		Sb	0.001	—	—
		Ca	0.015	0.03	0.03
		Fe	0.006	0.03	0.03
		S	0.003	0.003	0.003
		C	0.080	0.05	0.05
		Cu	0.05	0.03	0.03
		P	0.001	—	—
		氢损	—	0.30	0.35

注: 镍粉主品位应为100%与表1中所列各种杂质含量总和之差。

2.2 粒度组成

GB 5247—85

镍粉的粒度组成应符合表 2 的规定。

表 2

牌 号	粒 度 组 成	备 注
FND - 1	$< 5\mu\text{m} < 30\%$, $5 \sim 15\mu\text{m} > 55\%$, $> 15 \sim 25\mu\text{m}$ 不限, $> 25\mu\text{m} < 3\%$	颗粒百分数
FND - 2	+ 300 目, $< 3\%$	重量百分数
FND - 3	+ 250 目, $< 3\%$	

2.3 松装密度

镍粉的松装密度应符合表 3 的规定。

表 3

g/cm³

牌 号	松 装 密 度
FND - 1	0.85 ~ 1.05
FND - 2	1.20 ~ 1.40
FND - 3	1.40 ~ 1.70

注：用户对化学成分、粒度组成和松装密度如另有要求，由供需双方商定。

2.4 镍粉应呈灰黑色粉末状；用金相显微镜放大 100 倍观察时，FND - 1 应为树枝状，FND - 2 和 FND - 3 应为不规则树枝状。

2.5 镍粉应纯净，不得有粉块及肉眼可见的夹杂物。

3 试验方法

3.1 锌、铅、锰、硅、铋、砷、镉、锡、锑、铁、铜、铝、镁和钴的测定采用光谱法（见附录 A）。

3.2 钙的测定采用原子吸收分光光度法（见附录 B）。

3.3 碳和磷的测定按 YB 128—76《镍化学分析方法》中碳和磷的测定方法进行。

3.4 硫的测定按 YB 93—70《钴化学分析方法》中硫的测定方法进行。

3.5 氢损的测定按 GB 5158—85《金属粉末——在氢中还原时重量损失的测定（氢损）》进行。

3.6 粒度分布的测定按 GB 1480—84《金属粉末粒度组成的测定干筛分法》进行；对 FND - 1 镍粉用显微镜法测定。

3.7 松装密度的测定按 GB 1479—84《金属粉末松装密度的测定第 1 部分 漏斗法》进行。

4 检验规则

4.1 产品应由供方技术监督部门进行检验，保证产品质量符合本标准要求，并填写质量证明书。

4.2 需方可对收到的产品进行检验，如检验结果与本标准的规定不符时，应在保证期内向供方提出，由供需双方协商解决。如需仲裁时，应由供需双方在需方共同取样。镍粉的使用保证期，自出厂之日算起为六个月。因需方管理不善而造成检验结果不合格时，应由需方负责。

4.3 每批产品应由在同一技术条件下所生产的镍粉经混匀组成，批重不限。

4.4 抽检试样应用内径为 $\phi 15 \pm 2$ mm 的不锈钢或钛质探针在包装容器内插取五点，按梅花形布点，

每点均插到底。所取试样经仔细混匀后，用四分法缩分至试样所要求。取样数量按表 4 规定。

表 4

同批镍粉包装 容器数量	同批镍粉应取样 的容器数量	同批镍粉包装 容器数量	同批镍粉应取样 的容器数量
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

注：每批镍粉包装容器数量超过 399 个以后，每增加 100 个或不到 100 个包装容器时，取样容器数量应增加一个。

4.5 如检验结果不符合本标准的规定，则应按 4.4 条规定，在该批镍粉中对不符合本标准规定的项目取双倍数量的样品进行复检。如仍有一个结果不符合本标准的规定时，则该批镍粉为不合格。

5 包装、标志、运输、贮存

5.1 镍粉用双层聚乙烯薄膜袋包装，扎口置于聚乙烯或镀锌铁桶内加盖密封。每桶净重不大于 30kg。

5.2 每个包装桶上应注明：供方名称、产品名称、牌号、批号、净重和生产日期，并有“防潮”、“轻放”、“向上”字样或标志。

5.3 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。

5.4 镍粉应贮存于干燥、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。

5.5 每批产品应附有质量证明书，其上注明：

- a. 供方名称；
- b. 产品名称、牌号；
- c. 产品批号；
- d. 产品件数与净重；
- e. 各项分析检验结果及技术监督部门印记；
- f. 本标准编号；
- g. 出厂日期。

GB 5247—85

附录 A

用光谱法测定电解镍粉中锌、铅、锰、硅、铋、
砷、镉、锡、锑、铁、铜、铝、镁和钴等杂质元素
(补充件)

本法参照采用HG 3—1213—79《化学光谱定量分析通则》的有关规定。

A.1 方法提要

试样经化学处理转化为氧化物,以直流电弧为光源,粉末球状电弧二级激发试样,分析用工作曲线法。

阳极激发:测定锌、镉、铋、锑、锡、铅和砷;

阴极激发:测定铜、铝、镁、锰、铁、硅和钴。

A.2 仪器、设备、材料和试剂

- A.2.1 中型摄谱仪,附三透镜照明系统;
- A.2.2 直流电弧发生器(用高频引燃);
- A.2.3 测微光度计;
- A.2.4 映谱仪;
- A.2.5 工业天平;
- A.2.6 压力机;
- A.2.7 车制石墨电极的小车床;
- A.2.8 马弗炉;
- A.2.9 钢制压模:冲头(直径为6 mm);
- A.2.10 烧杯和瓷坩埚;
- A.2.11 感光板;
- A.2.12 玛瑙研钵;
- A.2.13 硝酸(超纯);
- A.2.14 A+B显影液和F-7定影液;
- A.2.15 氧化镍粉末标准样品(BYG 08-2);
- A.2.16 光谱纯石墨电极,直径8 mm和6 mm;
- A.2.17 光谱计算板。

A.3 样品处理

取样5 g左右置于400 ml烧杯中,加入40 ml硝酸(3+2)超纯加热溶解,蒸至稠状,移入50 ml瓷坩埚中继续蒸至黄烟冒尽为止,将坩埚放入750℃马弗炉中灼烧20 min,转变为氧化物,取出冷却后,用专用玛瑙研钵将氧化镍磨成粉末状备用。

A.4 分析方法

A.4.1 阳极激发

将样品和标准样品各称取三份,每份重0.5 g,放入钢制压模(图1),压制成块,压块放在石墨电极上(图2)作为直流电弧的阳极,在电流强度为7 A,电压220 V,狭缝12 μm,三阶梯减光器,中间光栏高5 mm,紫外感光板条件下,无预燃,曝光40 s,每个样品平行摄谱三次。感光板在A+B显影液中,温度为20℃显影4 min,然后定影、水洗、干燥。

A.4.2 阴极激发

将阳极激发后的金属熔珠，放在石墨电极上，作为直流电弧的阴极，在电流强度为6A，其他条件同阳极激发条件下，无预燃，曝光30s。每个试样平行摄谱三次。底光板在A+B显影液中温度20℃显影4min，然后定影、水洗、干燥。

在测微光度计上测量分析线对的黑度，波长列于下表。

元 素	分析线波长, Å	内标线波长, Å	含量范围, %	工 作 曲 线
Zn	3345.02	Ni 3296.1	0.00057 ~ 0.0083	$\Delta P - \lg C$
Cd	3261.08/ b_2	Ni 3296.1	0.00025 ~ 0.0074	$\lg R - \lg C$
Bi	3067.72	Ni 3116.7	0.00028 ~ 0.0081	$\Delta P - \lg C$
Sb	2877.91/ b_1	Ni 2879.0	0.00015 ~ 0.0076	$\lg R - \lg C$
Sn	2839.98	Ni 2832.2	0.00012 ~ 0.0041	$\Delta P - \lg C$
Pb	2833.06	Ni 2832.2	0.00032 ~ 0.005	$\Delta P - \lg C$
As	2349.34/ b_2	—	0.00075 ~ 0.014	$\lg R - \lg C$
Cu	3247.54	Ni 3296.1	0.00055 ~ 0.011	$\Delta P - \lg C$
Al	3092.71	Ni 3066.4	0.00028 ~ 0.0074	$\Delta P - \lg C$
Mg	2795.53	Ni 2834.5	0.00055 ~ 0.0084	$\Delta P - \lg C$
Mn	2794.81	Ni 2834.5	0.00044 ~ 0.0081	$\Delta P - \lg C$
Fe	2488.14	Ni 2489.5	0.001 ~ 0.0226	$\Delta P - \lg C$
Si	2516.12	Ni 2489.5	0.0057 ~ 0.012	$\Delta P - \lg C$
Co	2407.25	Ni 2489.5	0.0014 ~ 0.0287	$\Delta P - \lg C$

注： b_1 为长波背景， b_2 为短波背景。

A.5 允许差

测定的相对标准误差10~30%。

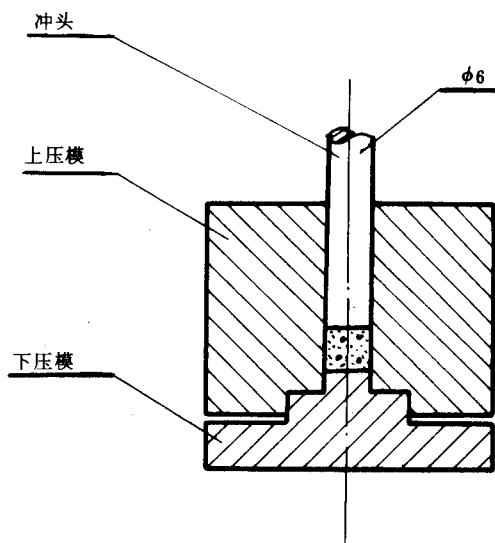


图 A1 压模形状

GB 5247—85

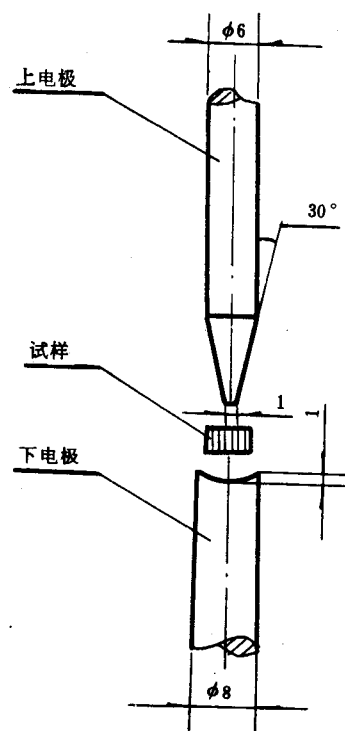


图 A2 电极形状

附 录 B
原子吸收分光光度法测定钙
(补充件)

本法参照HG 3—1013—76《火焰原子吸收分光光度法通则》有关规定执行。

B.1 方法提要

样品经稀硝酸分解后,于25%的盐酸介质中直接进行微量钙的原子吸收测定。采用标准加入法,有效地消除了溶液基体对分析的干扰,保证了测定的准确性。测定范围0.001~0.9%。

B.2 试剂与仪器

- B.2.1 硝酸(优级纯);
- B.2.2 盐酸(优级纯);
- B.2.3 钙标准贮备液 1 mg/ml;
- B.2.4 钙标准工作液: 50 µg/ml;
- B.2.5 GGX-1型原子吸收分光光度计;
- B.2.6 钙空心阴极灯。

B.3 仪器工作条件

波长 4227 Å;
灯电流: 15 mA;
燃烧器高度: 65 mm;
空气流量: 6 l/min;
乙炔流量: 1.6 l/min;
狭缝: 0.1 mm;
空气压力: 2 kg/cm²。

B.4 分析步骤

称取0.5g试样于250ml烧杯中,加少量硝酸(1+1)在低温电炉上溶解,用水吹洗杯壁,加热煮沸除去二氧化氮,取出冷却后,用水洗移入50ml容量瓶中加水至刻度,摇匀。分取后按选定的仪器工作条件测定其吸光度,利用绘制的工作曲线,求出试样中钙的含量。

工作曲线的绘制:分别分取上述试液10ml于4个50ml容量瓶中,依次加入钙标准工作液(50 µg/ml) 0、0.5、1.0、1.5 ml,盐酸(1+1) 25 ml,以水稀释至刻度,摇匀,测其吸光度绘制工作曲线。

注:① 以水调节仪器零点;

② 结果亦可用作图法或计算法求出;

③ 为提高测定的灵敏度,仪器标尺扩展使用×4。

附加说明:

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由重庆冶炼厂负责起草。

本标准主要起草人黄斐章、陈壮志。