

HUAXUE SHIJI SHENGCHAN JISHU ZILIAO

72-101

# 化学试剂生产技术资料

北京化工厂 編

(内部资料·注意保存)

6.144

化学工业出版社

HUAXUE SHIJI SHENGCHAN JISHU ZILIAO

# 化学试剂生产技术资料

99

北京化工厂 編

(内部資料·注意保存)

化学工业出版社

## 氯化鎳 $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

### 一、产品名称、性狀、用途及規格

#### 1. 产品名称、性狀及用途

产品名称：氯化鎳

分子式： $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  分子量：237.7

产品一般性質：綠色結晶，在潮湿空气中易潮解。极易溶于水及乙醇中，100毫升水在20°C可溶解254克，在100°C时可溶解599克。

#### 2. 产品規格

最低含量：96%

最高不純物含量：%

| 測定項目                     | 分析純    | 純     | 測定項目        | 分析純   | 純    |
|--------------------------|--------|-------|-------------|-------|------|
| 不溶物                      | 0.005  | 0.01  | 鋅(Zn)       | 0.01  | 0.05 |
| 硫酸盐(SO <sub>4</sub> )    | 0.01   | 0.03  | 鈷(Co)       | 0.05  | 0.2  |
| 鉄(Fe)                    | 0.0005 | 0.001 | 碱金属鈣、鎂(硫酸盐) | 0.2   | 0.5  |
| H <sub>2</sub> S組重金属(Cu) | 0.002  | 0.005 | 硝酸盐         | 0.008 | 0.1  |

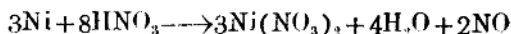
## 二. 原料規格

| 原料名称 | 控制項目    | 原料名称 | 控制項目 |
|------|---------|------|------|
| 鎳    | 电解或无鈷鎳板 | 硫酸氢鈷 | 工业品  |
| 硝酸   | 三級品     | 酒精   | 工业品  |
| 盐酸   | 三級品     |      |      |

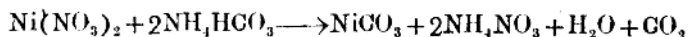
## 三、 制造理論及操作方法

### 1. 理論

(1) 合成硝酸鎳:



(2) 合成碳酸鎳:

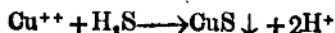


(3) 洗滌碳酸鎳: 除去硝酸盐

(4) 合成氯化鎳:



(5) 加H<sub>2</sub>S水去重金属:



(6) 加双氧水去鉄:  $\text{Fe}^{++} - e \longrightarrow \text{Fe}^{+++}$

(7)  $\text{NiCl}_2$  溶解度很大, 必須蒸至烧瓶中有結晶析出才能得到成品。

(8) 氯化鎳所含結晶水有三种:  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{NiCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{NiCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 。所含結晶水的多少与得到結晶时的温度有很大关系,

| 溶液温度                  | 0°                                        | 17.5° | 25°   | 40.5°                                     | 50°   | 60°   | 75°                                       | 99.5° |
|-----------------------|-------------------------------------------|-------|-------|-------------------------------------------|-------|-------|-------------------------------------------|-------|
| $\text{NiCl}_2$ 含量    | 34.8                                      | 37.07 | 39.85 | 42.26                                     | 43.17 | 44.84 | 46.32                                     | 46.71 |
| $\text{NiCl}_2$ 之存在形式 | $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ |       |       | $\text{NiCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ |       |       | $\text{NiCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ |       |

蒸发的温度不宜过高, 冷却結晶的温度亦应尽量在  $10^\circ\text{C}$  以下, 否則影响产量。

(8) 結晶水的形成也受盐酸含量的影响,

|                     |                                           |       |      |                                           |       |       |                                           |   |
|---------------------|-------------------------------------------|-------|------|-------------------------------------------|-------|-------|-------------------------------------------|---|
| $\text{NiCl}_2$ 含量: | 35.27                                     | 26.71 | 6.15 | 4.56                                      | 4.45  | 1.40  | 0.82                                      | 0 |
| HCl 含量:             | 6.00                                      | 6.53  | 21.7 | 26.00                                     | 26.63 | 35.03 | 31.22                                     | 4 |
|                     | $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ |       |      | $\text{NiCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ |       |       | $\text{NiCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ |   |

## 2. 操作工序

### ① 合成硝酸鎳:

甲、将鎳刨成鎳絲, 增加接触面积, 使作用速度加快。

乙、将鎳絲先用 5% 稀盐酸洗一次, 再用蒸餾水洗一次。

丙、将鎳絲 (或鎳板) 25 公斤放于外有套缸的缸中, 加入蒸餾水 40 公斤, 再加入硝酸 30 公斤, 加热使之作用, 待反应减弱时, 再加硝酸至反应完毕为止 (仍剩有少量鎳)。

② 合成碳酸鎳: 将硝酸鎳溶液冲稀后, 用两层白布过滤。加入碳酸氢鉍后, 靜置, 使碳酸鎳沉下, 虹吸出上层清液 (此溶液仍有鎳盐, 須保留另行处理), 然后加水通蒸汽洗滌, 至檢驗无  $\text{NO}_3^-$

为止。

(3) 合成氯化镍：将洗好的 $\text{NiCO}_3$ 加水搅拌成糊状，再将盐酸用虹吸管在搅拌下慢慢注入（保持碳酸镍过量），并通蒸汽加热，至溶液的pH值等于4为止。

(4) 去重金属：将氯化镍溶液取出置另一缸中，加入硫化氢水（注意pH必须等于4），经中间检验重金属合格为止。

(5) 去铁：将已去重金属的溶液静置约1小时后，过滤于另一缸中，通蒸汽除掉 $\text{H}_2\text{S}$ ，加入双氧水（每缸约加1000毫升），沸腾后保温半小时，用滤纸及滤架过滤，滤液必须完全澄清在滤液中。加 $\text{HCl}$ ，至pH值=1。

(6) 蒸浓：将上滤清液放入15立升烧瓶中，于直接火上蒸浓，至有结晶出现时，倒入缸中冷却，甩干后即得成品。

母液检验合格，可继续蒸发结晶，否则另行处理。

3. 包装方法 用500毫升螺丝大口瓶，加电木盖（内衬尼龙垫），套胶套。

## 四、 注意事项

### 1. 分析控制

(1) 硝酸根：取10毫升洗液加1滴靛蓝，10毫升硫酸，5分钟后，蓝色褪去，即为合格。

(2) 重金属：取两个同体积的比色管，滤取同体积的液体，在一个比色管中加 $\text{H}_2\text{S}$ 水，如两个比色管的颜色相同，即为合格。

(3) 铁：取1克氯化镍溶于85毫升水中，加入0.5毫升硝酸（比重1.15），煮沸1~2分钟冷却后，将溶液倒入备有磨口塞的100毫升量瓶中，再加入0.5毫升硫酸（比重1.11），5毫升4N硫氰酸铵溶液，10毫升异戊醇，充分摇荡后，酒精层中的颜色不得深于标准。标准溶液为同体积的水含0.5毫升硝酸（比重1.15），0.5毫升 $\text{H}_2\text{SO}_4$ （比重1.11），5毫升4N硫氰酸铵，10毫升异戊醇及

0.01毫克(0.1毫升)的铁。

## 2. 安全注意事项

① 使用硝酸和盐酸时，遵守三酸操作规程。

② 合成氯化镉或硝酸镉时，应在毒气橱内进行，或在通风良好场所操作。

操作者穿胶鞋，戴眼镜、胶皮手套及防毒口罩。

③ 洗碳酸镉时注意烫伤。

④ 蒸发氯化镉时穿胶皮围裙及胶靴，并戴石棉手套，以防瓶破伤人。

## 氯化镉

书号：(内) 211

定价：0.03元

化学工业出版社(北京安定门外和平北路)出版

北京市书刊出版业营业许可证出字第092号

化学工业出版社印刷厂印刷 内部发行

1959年10月第1版

1950年3月第1版第2次印刷

开本：787×1092<sup>1</sup>/<sub>32</sub>

字数：3千字

印张： $\frac{6}{32}$

印数：2001—5000