

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



北京化工厂 编

化学工业出版社

(内部资料·注意保存)

硝酸镍 $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

一、产品名称·性质·用途及规格

1. 产品性状及用途

产品名称：硝酸镍

分子式： $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 分子量：290.8

产品一般性质：绿色单斜结晶，易潮解；在100毫升水中可溶238.5克，在热水中可溶无限大；可溶于氨水和乙醇中。熔点 56.7°C 。

用途：电镀等用。

2. 产品规格

最低含量：98%

最高不纯物含量：%

測定項目	分析純	純	測定項目	分析純	純
水不溶物	0.005	0.01	重金屬(按Cu計)	0.002	0.01
氯根(Cl)	0.002	0.01	鋅(Zn)	0.01	0.05
硫酸根(SO ₄)	0.01	0.03	鈷(Co)	0.1	0.3
鐵(Fe)	0.0005	0.001	碱金屬及鈣(碳酸鹽)	0.2	0.5

二、原料規格

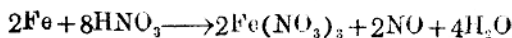
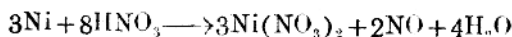
原料名稱	控制規格	原料名稱	控制規格
鎳	外形：板狀	碳酸鎳	氯化物 0.005
硝酸	最高不純物含量： %		碳酸鈉 0.10
	不揮發殘留物 0.003		硝酸盐 0.05
	硫酸鹽 0.002		硫酸鹽 0.05
	氯化物 0.0002		碱及碱土金屬 0.50
	硫化氫組重金屬(Pb) 0.0005		鈷 0.20
	鐵 0.0001		銅 0.03
	砷 0.000003		鐵 0.01
碳酸鎳	完全符合Rosin規格，鈰最低含量44%；最高不純物含量： %		鉛 0.005
	鹽酸不溶物 0.010		鋅 0.05

三、制造理論及操作过程

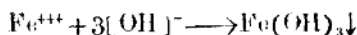
1. 操作过程

(1) 理論：

① 化鎳：



② 去鐵：



(3) 过滤；

(4) 蒸发；

(5) 结晶。

(2) 操作工序：

(1) 准备工作：

1) 配20%稀硝酸：将7.5公斤硝酸冲稀至比重 1.16，稀释后体积约20立升左右。

2) 洗镍：将镍板浸入稀硝酸中，15分钟后，用蒸馏水洗滌 2~3次，放入缸中。

(2) 工序：

1) 每缸放洗过的镍40公斤，注入浓硝酸20公斤（使其没过镍板），同时通蒸汽，加热促其反应，当反应剧烈时加蒸馏水。然后继续加入硝酸，直至大部分镍溶解为硝酸镍溶液为止，再用蒸馏水稀释，使溶液体积约占缸的体积3/5处。继续用蒸汽加热14小时左右，以去掉游离酸，并使溶液蒸浓。

〔注〕

(1) 硝酸要分数次加入，每次约加6000毫升。

(2) 反应剧烈时即停止加热，并加少许冷蒸馏水，待正常时再开蒸汽。

(3) 镍板排列应以接触面积最大为原则。

(4) 合成好的硝酸镍溶液中可能有一部分镍板未作用完全，可取出再按前法操作。

2) 去铁：将上述溶液冲稀至比重1.4 (60°C时)，每缸加入磷酸镍4~5公斤(要慢加，并用木棒搅拌，加至 pH=4为止)，煮沸 1 小时，作中间检验；如合格，可用滤架铺四层滤纸过滤（最初滤出的混浊液，应从新过滤），收集清亮溶液。

3) 蒸浓：将去铁后滤液放入蒸发锅中，通蒸汽蒸发至比重

1.75(98°C)时, 停止加热, 移入缸中。

4) 结晶: 在上述溶液中, 加硝酸0.5~1公斤, 搅匀, 并用布盖好缸口, 缸外部加冰冷却, 放置3~4天。当比重1时(20°C), 将结晶取出甩干, 经干燥分析合格, 即为成品。

2. 母液处理工序:

将母液蒸发, 如杂质不合格, 可冲稀至比重1.1, 并倒入比重1.1的热碳酸钠溶液中, 保持 pH 7~8, 使碳酸镍沉降, 然后洗涤至无 NO_3^- 。

四、注 意 事 项

1. 分析控制项目

工序 1) 控制铁:

取去铁溶液 4.5 毫升冲稀至40毫升, 加入 3 毫升盐酸, 5 滴硝酸, 煮沸, 然后加氨水(1:1)60毫升过滤(滤纸用2.5%氨水洗涤至无蓝色)。滤纸上沉淀用10%热稀盐酸洗涤, 洗液加 1 毫升浓盐酸, 5 毫升硫氰化钾, 所生红色不超过含0.01毫克铁标准。

工序 2) 控制溶解度:

取11毫升滤液, 比重1.4, 冲稀至100毫升, 所生不溶物不超过 1 毫克。

2. 不正常现象及处理方法

(1) 化镍慢: 原因是酸的浓度低或反应温度低, 可加酸或将蒸汽加大。

(2) 反应剧烈: 原因是反应温度高或酸浓, 可加入少许冷蒸馏水。

(3) 铁末去净: 原因是溶液浓pH低于4, 或pH试纸有误差, 可冲稀, 或校正pH试纸, 再加入碳酸镍用蒸汽煮沸。

(4) 滤不清, 速度慢: 原因是碳酸镍加得太多, 可加酸, 保持pH 4。

(5) 蒸不沸：原因是蒸汽不够，可用15立升烧瓶蒸，溶液約占烧瓶体积2/3，并加3粒玻璃珠。

(6) 不結晶：原因是溶液稀，温度高、或为过饱和现象。可再蒸浓，加冰，或加結晶核并經常搅拌。

3. 安全注意事項

- (1) 应在通风良好场所或毒气橱內操作。
- (2) 蒸汽不許开得太大。
- (3) 操作者須戴口罩、胶皮手套，并穿胶皮围裙。
- (4) 加硝酸时須徐徐傾入，沿缸壁流下。
- (5) 作用剧烈时，加入冷蒸餾水，同时关闭蒸汽。
- (6) 蒸发时須有人在旁守候。

硝 酸 銀

书号：(内) 191

定价：0.03 元

化学工业出版社(北京安定門外和平北路)出版

北京市书刊出版业营业許可証出字第092号

化学工业出版社印刷厂印刷 内部发行

1959年9月第1版

1960年3月第1版第2次印刷

开本：787×1092¹/₃₂ 字数：3千字

印张：6¹/₃₂

印数：2001—5000
