

ICS 71.060.50

G 17

备案号：54442—2016

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4988—2016

工业用乙酸镍

Nickel acetate for industrial use

2016-04-05 发布

2016-09-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前　　言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机化工分会（SAC/TC63/SC2）归口。

本标准负责起草单位：江西核工业兴中科技有限公司。

本标准参加起草单位：精细化学品有限公司。

本标准主要起草人：汤森进、胡昌文、陈小娟、金洪海、叶为辉、张庆、何莹莹。

工业用乙酸镍

1 范围

本标准规定了工业用乙酸镍的要求，试验方法，检验规则以及标志、包装、运输、贮存和保质期。

本标准适用于工业用乙酸镍。该产品主要用于工业封孔剂、表面处理剂、电镀、媒染剂、阳极氧化、金属着色和陶瓷色釉以及分析化学试剂等。

分子式：Ni(CH₃COO)₂ · 4H₂O。

相对分子质量：248.86（按2011年国际相对原子质量）。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 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

GB/T 23768—2009 无机化工产品 火焰原子吸收光谱法通则

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第1部分：标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第2部分：杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第3部分：制剂及制品的制备

3 要求

3.1 外观

绿色结晶或粉末。

3.2 技术要求

工业用乙酸镍应符合表1所示的技术要求。

表 1 技术要求

项 目		指 标
乙酸镍 [$\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$] , w/%	≥	98.0
钴(Co), w/%	≤	0.010
铜(Cu), w/%	≤	0.001
铁(Fe), w/%	≤	0.003
铅(Pb), w/%	≤	0.003
锌(Zn), w/%	≤	0.003
硫酸盐(以 SO_4^{2-} 计), w/%	≤	0.01
氯化物(以 Cl^- 计), w/%	≤	0.01
水不溶物, w/%	≤	0.03

4 试验方法

4.1 警告

本试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性，操作时须小心谨慎！必要时，需在通风橱中进行。如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即就医。

4.2 一般规定

试验方法所用试剂和水，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。

试验方法所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂和制品，在没有注明其他要求时，均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2 和 HG/T 3696.3 的规定制备。

4.3 外观

在自然光或日光灯下，于白色衬底的表面皿或白瓷板上以目视观察。

4.4 乙酸镍含量的测定

4.4.1 方法提要

在碱性介质中，镍与乙二胺四乙酸二钠（简称 EDTA）发生络合反应，以紫脲酸铵为指示剂，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定，至溶液呈蓝紫色为终点，计算得到乙酸镍含量。

4.4.2 试剂

4.4.2.1 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液： $c(\text{EDTA}) = 0.05 \text{ mol/L}$ 。

4.4.2.2 氨-氯化铵缓冲溶液（甲）： $\text{pH} \approx 10$ 。

4.4.2.3 紫脲酸铵混合指示剂。

4.4.3 分析步骤

称取 0.2 g~0.4 g 试样，精确至 0.000 1 g。置于 250 mL 锥形瓶中，加少量水完全溶解后，加入 10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液（甲）和 0.2 g 紫脲酸铵混合指示剂，摇匀，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至溶液呈蓝紫色为终点。

在测定的同时，按与测定相同的步骤，对不加试样而使用相同数量的试剂溶液做空白试验。

4.4.4 结果计算

乙酸镍 [以 $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 计] 的质量分数 w_1 ，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{(V_1 - V_0)cM \times 10^{-3}}{m} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

V_1 ——试样消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

V_0 ——空白试验消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升 (mL)；

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

m ——试样的质量的数值，单位为克 (g)；

M ——乙酸镍 [$\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$] 的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔 (g/mol) ($M = 248.86$)。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2 %。

4.5 钴、铜、铁、铅和锌含量的测定

4.5.1 方法提要

在硝酸介质中，采用标准加入法，用空气-乙炔火焰原子吸收分光光度计，于相应波长处测定待测元素的含量。

4.5.2 试剂

4.5.2.1 水：符合 GB/T 6682 规定的二级水。

4.5.2.2 硝酸溶液：1+1。

4.5.2.3 钴标准溶液：1 mL 溶液含有钴 (Co) 0.1 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的 1 mg/mL 钴标准贮备溶液于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

4.5.2.4 铜标准溶液：1 mL 溶液含有铜 (Cu) 0.1 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的 1 mg/mL 铜标准贮备溶液于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

4.5.2.5 铁标准溶液：1 mL 溶液含有铁 (Fe) 0.1 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的 1 mg/mL 铁标准贮备溶液于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

4.5.2.6 铅标准溶液：1 mL 溶液含有铅 (Pb) 0.1 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的 1 mg/mL 铅标准贮备溶液于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

4.5.2.7 锌标准溶液：1 mL 溶液含有锌 (Zn) 0.1 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的 1 mg/mL 锌标准贮备溶液于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

4.5.2.8 水 使用符合 GB/T 6682 规定的二级水，其他试剂同 GB/T 23768—2009 第 5 章。

4.5.3 仪器

原子吸收分光光度计：配有钴空心阴极灯、铜空心阴极灯、铁空心阴极灯、铅空心阴极灯、锌空心阴极灯。

HG/T 4988—2016

4.5.4 分析步骤

4.5.4.1 试验溶液 A 的制备

称取约 10 g 试样，精确至 0.001 g。置于 100 mL 烧杯中，加适量水溶解，转移至 100 mL 容量瓶中，加入 10 mL 硝酸溶液，加水至刻度，摇匀。此溶液为试验溶液 A，用于试样中钴含量、铜含量、铁含量、铅含量和锌含量的测定。

4.5.4.2 空白试验溶液的制备

在 50 mL 容量瓶中加入 1 mL 硝酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

4.5.4.3 测定

用移液管分别移取 10 mL 试验溶液 A，置于 4 个 50 mL 容量瓶中，按表 2 的规定再分别加入待测元素的标准溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

表 2 待测元素标准溶液移取的量

待测元素标准溶液	移取体积/mL			
	1 [#]	2 [#]	3 [#]	4 [#]
钴	0.00	0.50	1.00	1.50
铜	0.00	0.05	0.10	0.15
铁	0.00	0.15	0.30	0.45
铅	0.00	0.15	0.30	0.45
锌	0.00	0.15	0.30	0.45

将原子吸收分光光度计调至最佳工作条件，按表 3 给出的待测元素测定波长，用空白试验溶液调零，测定上述溶液的吸光度。

表 3 待测元素的测定波长

待测元素	钴	铜	铁	铅	锌
测定波长/nm	240.7	324.8	248.3	283.3	213.9

以加入标准溶液中待测元素的质量 (mg) 为横坐标、对应的吸光度值为纵坐标，绘制工作曲线。将曲线反向延长，与横坐标相交处即为所测试验溶液中待测元素的质量。

4.5.5 结果计算

某待测元素的质量分数 w_i ，按公式 (2) 计算：

$$w_i = \frac{m_i \times 10^{-3}}{m \times 10/100} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots \quad (2)$$

式中：

m_i ——从工作曲线上查出的试验溶液中待测元素的质量的数值，单位为毫克 (mg)；

m ——试样的质量的数值，单位为克 (g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值铜为 10 %，钴、铁、铅和锌为 20 %。

4.6 硫酸盐含量的测定

4.6.1 方法提要

在盐酸介质中，氯化钡与试验溶液中的硫酸根离子生成白色沉淀，与同方法处理的硫酸盐标准比浊溶液比较，浊度不大于标准比浊溶液。

4.6.2 试剂

4.6.2.1 95%乙醇。

4.6.2.2 盐酸溶液：1+1。

4.6.2.3 氯化钡溶液：250 g/L。

4.6.2.4 硫酸盐标准溶液：1 mL 溶液含有硫酸根 (SO_4^{2-}) 0.1 mg。

4.6.3 分析步骤

4.6.3.1 无硫酸盐的乙酸镍溶液的制备

称取 $10.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样，置于 100 mL 烧杯中，加少量水润湿，加入 5 mL 盐酸溶液，搅拌使试样全部溶解，再加入 20 mL 乙醇，在不断振摇下滴加 10 mL 氯化钡溶液，然后转移至 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。放置 12 h~18 h，干过滤于棕色瓶中。

4.6.3.2 测定

称取 $10.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样，置于 100 mL 烧杯中，加少量水润湿，加入 5 mL 盐酸溶液，搅拌使试样全部溶解，然后转移至 100 mL 容量瓶中，加水至刻度，摇匀。用移液管移取 10 mL，置于 25 mL 比色管中，加入 5 mL 乙醇，在不断振摇下滴加 3 mL 氯化钡溶液，用水稀释至刻度，摇匀。放置 10 min，所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液是用移液管移取 10 mL 无硫酸盐的乙酸镍溶液和 1.00 mL 硫酸盐标准溶液，置于 25 mL 比色管中，加入 3 mL 乙醇，在不断振摇下滴加 2 mL 氯化钡溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

4.7 氯化物含量的测定

4.7.1 方法提要

在硝酸介质中，氯离子与银离子生成难溶的氯化银白色沉淀，与同方法处理的氯化物标准比浊溶液比较，浊度不大于标准比浊溶液。

4.7.2 试剂

4.7.2.1 硝酸溶液：1+4。

4.7.2.2 硝酸银溶液：17 g/L。

4.7.2.3 氯化物标准溶液：1 mL 溶液含有氯离子 (Cl^-) 0.01 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的 0.1 mg/mL 氯化物标准贮备溶液于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液现用现配。

4.7.3 分析步骤

4.7.3.1 无氯化物的乙酸镍溶液的制备

称取 $5.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样，置于 100 mL 烧杯中，加少量水润湿，加入 5 mL 硝酸溶液，搅拌使试样全部溶解，然后加入 5 mL 硝酸银溶液，再转移至 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

HG/T 4988—2016

放置 12 h~18 h，干过滤于棕色瓶中。

4.7.3.2 测定

称取 5.00 g ± 0.01 g 试样，置于 100 mL 烧杯中，加少量水润湿，加入 5 mL 硝酸溶液，搅拌使试样全部溶解，转移至 100 mL 容量瓶中，加水至刻度，摇匀。用移液管移取 10 mL 于 25 mL 比色管中，加入 3 mL 硝酸银溶液，用水稀释至刻度，摇匀。放置 10 min，所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液是用移液管移取 10 mL 无氯化物的乙酸镍溶液和 5.00 mL 氯化物标准溶液，置于 25 mL 比色管中，加入 2.5 mL 硝酸银溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

4.8 水不溶物含量的测定

4.8.1 方法提要

试样用水溶解，过滤得滤渣，经洗涤、干燥后，烘干至质量恒定。根据不溶物的质量，计算水不溶物的含量。

4.8.2 仪器

4.8.2.1 玻璃砂芯坩埚：滤孔孔径 $4\text{ }\mu\text{m} \sim 7\text{ }\mu\text{m}$ ，容积 30 mL。

4.8.2.2 恒温鼓风干燥箱：控制温度 105 ℃ ~ 110 ℃。

4.8.3 分析步骤

称取约 20 g 试样，精确至 0.01 g。置于 200 mL 烧杯中，加入 100 mL 温水溶解。冷却至室温，用已于 105 ℃～110 ℃ 干燥至恒量的玻璃砂芯坩埚（4.8.2.1）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（4.8.2.2）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 0.5 h、冷却、称量，直至恒量。两次称量之差小于 0.2 mg。

4.8.4 结果计算

水不溶物的质量分数 w_2 , 按公式 (3) 计算:

$$w_2 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \% \quad \dots \dots \dots \quad (3)$$

式中:

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—试样的质量的数值，单位为克(g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 20 %。

5 检验规则

5.1 本标准第3章的外观和表1中所列项目为出厂检验项目。

5.2 产品由生产厂的质量检验部门进行检验。生产厂应保证出厂产品的各项技术指标均符合本标准的要求，并附有一定格式的质量证明书，内容包括：

- a) 生产厂名称;
 - b) 产品名称;

- c) 生产日期或批号；
- d) 产品质量检验结果或检验结论；
- e) 本标准编号等。

5.3 工业用乙酸镍以相同材料、基本相同的生产条件、连续生产或同一班组生产的乙酸镍为一批。每批产品不超过 5 t。

5.4 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。按 GB/T 6679 的规定采样。将采出的样品混匀，用四分法缩分至不少于 500 g，分装于两个清洁、干燥的容器中，密封，并粘贴标签，注明生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一份供检验用，另一份保存备查，保存时间根据生产企业需求确定。

5.5 检验结果的判定按 GB/T 8170 规定的修约值比较法进行。检验结果如有一项指标不符合本标准的要求，则应重新自两倍量的包装中采样进行复验，复验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求，则整批产品为不合格。

6 标志、包装、运输、贮存和保质期

6.1 标志

工业用乙酸镍包装袋上应有牢固、清晰的标志，内容包括：

- a) 产品名称；
- b) 生产厂名称、厂址；
- c) 批号和生产日期；
- d) 净含量；
- e) 保质期；
- f) 本标准编号；
- g) GB/T 191—2008 规定的“怕雨”“怕晒”标志。

6.2 包装

工业用乙酸镍采用双层包装，内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋，外包装采用塑料编织袋。包装内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳扎口，或用与其相当的其他方式封口；外袋采用缝包机缝合，缝合牢固，无漏缝或跳线现象。每袋净含量为 25 kg，也可根据用户要求的规格进行包装。

6.3 运输

工业用乙酸镍在运输过程中，防止雨淋、受热、受潮。不宜与酸类物品混运。

6.4 贮存

工业用乙酸镍应贮存在通风、阴凉、干燥的库房内，防止雨淋、受潮。不宜与酸类物品混贮。

6.5 保质期

在符合本标准规定的包装、运输和贮存的条件下，自生产之日起保质期为 12 个月。