

ICS 71.040.30

G 62

备案号:13241—2004

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3448—2003

代替 HG/T 3448—1984

化 学 试 剂 硝 酸 镍

Chemical reagent

Nickel(II)nitrate hexahydrate

2004-01-09 发布

2004-05-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准给出优级纯、分析纯、化学纯三个级别。

本标准代替 HG/T 3448—1984。

本标准与 HG/T 3448—1984 相比主要变化如下：

——完善了氯化物测定方法。

——将项目名称“铵盐”改为“铵”，完善了测定方法。

——钾测定方法中称样量由“5 g”调整为“1 g”。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会化学试剂分会归口。

本标准起草单位：北京化学试剂研究所。

本标准主要起草人：郝玉林、强京林、王素芳、刘冬霓、关瑞宝。

本标准于 1960 年首次发布，于 1976 年、1984 年分别进行了第一次和第二次修订。

化 学 试 剂

硝 酸 镍

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

相对分子质量: 290.79 (根据 1997 年国际相对原子质量)

1 范围

本标准规定了化学试剂硝酸镍的规格、试验方法、检验规则和包装及标志。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 619 化学试剂 采样及验收规则

GB/T 3914—1983 化学试剂 阳极溶出伏安法通则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法 (neq ISO 3696:1987)

GB/T 9723—1988 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则

GB 15346 化学试剂 包装及标志

3 性状

本试剂为翠绿色结晶,有潮解性,在干燥的空气中风化。

4 规格

化学试剂硝酸镍应符合表 1 的规格。

表 1

| 项 目 | 优 级 纯 | 分 析 纯 | 化 学 纯 |
|---|-----------|---------|-------|
| 含量 $[\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$, % | ≥ 99.0 | 98.0 | 98.0 |
| 水不溶物, % | ≤ 0.005 | 0.005 | 0.01 |
| 氯化物(Cl), % | ≤ 0.001 | 0.001 | 0.005 |
| 硫酸盐(SO ₄), % | ≤ 0.005 | 0.005 | 0.01 |
| 铵(NH ₄), % | ≤ 0.05 | — | — |
| 钠(Na), % | ≤ 0.005 | 0.01 | 0.02 |
| 镁(Mg), % | ≤ 0.005 | 0.01 | 0.02 |
| 钾(K), % | ≤ 0.005 | 0.005 | 0.01 |
| 钙(Ca), % | ≤ 0.005 | 0.01 | 0.02 |
| 铁(Fe), % | ≤ 0.000 5 | 0.000 5 | 0.001 |
| 钴(Co), % | ≤ 0.005 | 0.01 | 0.05 |
| 铜(Cu), % | ≤ 0.000 5 | 0.001 | 0.005 |

表 1(完)

| 项 目 | 优 级 纯 | 分 析 纯 | 化 学 纯 |
|----------|-----------|-------|-------|
| 锌(Zn), % | ≤ 0.001 | 0.005 | 0.02 |
| 镉(Cd), % | ≤ 0.001 | — | — |
| 铅(Pb), % | ≤ 0.000 5 | 0.001 | 0.005 |

注:表中“%”指质量分数。

5 试验方法

本章中除另有规定外,所有标准滴定溶液、标准溶液、试剂及制品,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备,实验用水应符合 GB/T 6682 中三级水规格,样品称量均精确至 0.01 g。

5.1 含量

称取 0.5 g 样品(精确至 0.000 1 g)。溶于 70 mL 水中,加 pH≈10 氨-氯化铵缓冲溶液甲 10 mL 及 0.2 g 紫脲酸铵指示剂,摇匀,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA})=0.05 \text{ mol/L}$] 滴定至溶液由黄色变为蓝紫色。

硝酸镍的质量分数 W , 数值以“%”表示,按式(1)计算:

$$W = \frac{VcM}{m \times 1000} \times 100 \quad \text{..... (1)}$$

式中:

V ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液体积的准确数值,单位为毫升(mL);

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

M ——硝酸镍摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) [$M[\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]=290.8$];

m ——样品质量的准确数值,单位为克(g)。

5.2 水不溶物

称取 20 g 样品,溶于 100 mL 水中,加热至沸后,用已在 $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 的电烘箱中干燥至恒量的 4 号玻璃滤漏斗过滤,以热水洗涤滤渣至洗液无色,于 $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 的电烘箱中干燥至恒量。滤渣质量不得大于:

优级纯、分析纯.....1 mg;

化学纯.....2 mg。

5.3 氯化物

5.3.1 不含氯化物的硝酸镍溶液的制备

称取 5 g 样品,溶于水,加 25% 硝酸溶液 10 mL 及 17 g/L 硝酸银溶液 5 mL,稀释至 100 mL,摇匀,放置 12 h~18 h,过滤。

5.3.2 测定

称取 1 g 样品,溶于 20 mL 水中(必要时过滤),加 25% 硝酸溶液 2 mL 及 17 g/L 硝酸银溶液 1 mL,稀释至 25 mL,摇匀,放置 10 min。溶液所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取 20 mL 不含氯化物的硝酸镍溶液及含下列数量的氯化物标准溶液:

优级纯、分析纯.....0.01 mg Cl;

化学纯.....0.05 mg Cl。

稀释至 25 mL,与同体积试液同时放置 10 min 比浊。

5.4 硫酸盐

5.4.1 不含硫酸盐的硝酸镍溶液的制备

称取 2.5 g 样品,溶于 25 mL 盐酸中,在水浴上蒸干,残渣溶于 20 mL 水中,加 95% 乙醇 10 mL 及 10% 盐酸溶液 2 mL,在不断振摇下滴加 250 g/L 氯化钡溶液 5 mL,稀释至 50 mL,摇匀,放置 12 h~

18 h, 过滤。

5.4.2 测定

称取 0.5 g 样品, 加 10 mL 水及 20% 盐酸溶液 10 mL, 在水浴上蒸干, 残渣溶于 10 mL 水中(必要时过滤), 加 95% 乙醇 5 mL 及 10% 盐酸溶液 1 mL, 在不断振摇下滴加 250 g/L 氯化钡溶液 3 mL, 稀释至 25 mL, 摇匀, 放置 10 min。溶液所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取 10 mL 不含硫酸盐的硝酸镍溶液及含下列数量的硫酸盐标准溶液:

优级纯、分析纯.....0.025 mg SO_4 ;

化学纯.....0.050 mg SO_4 。

加 95% 乙醇 3 mL, 10% 盐酸溶液 0.6 mL, 在不断振摇下滴加 250 g/L 氯化钡溶液 2 mL, 稀释至 25 mL, 与同体积试液同时放置 10 min 比浊。

5.5 铵

称取 0.1 g 样品, 置于支管蒸馏瓶中, 溶于 95 mL 水中, 加入 320 g/L 氢氧化钠溶液 5 mL, 加热蒸馏出 50 mL, 用盛有 0.5% 硫酸溶液 5 mL 的 100 mL 比色管接收。加 320 g/L 氢氧化钠溶液 3 mL 及 2 mL 纳氏试剂, 稀释至 100 mL, 摇匀。溶液所呈黄色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含 0.05 mg 的铵(NH_4)标准溶液, 与样品同时同样处理。

5.6 钠

按 GB/T 9723—1988 的规定测定。

5.6.1 仪器条件

光源: 钠空心阴极灯。

波长: 589.0 nm。

火焰: 乙炔-空气。

5.6.2 测定

称取 1 g 样品, 溶于水, 稀释至 100 mL, 取 20 mL, 共四份。按 GB/T 9723—1988 中 6.2.2 的规定测定。

5.7 镁

按 GB/T 9723—1988 的规定测定。

5.7.1 仪器条件

光源: 镁空心阴极灯。

波长: 285.2 nm。

火焰: 乙炔-空气。

5.7.2 测定

称取 1 g 样品, 溶于水, 稀释至 100 mL, 取 10 mL, 共四份。按 GB/T 9723—1988 中 6.2.2 的规定测定。

5.8 钾

按 GB/T 9723—1988 的规定测定。

5.8.1 仪器条件

光源: 钾空心阴极灯。

波长: 766.4 nm。

火焰: 乙炔-空气。

5.8.2 测定

同 5.6.2。

5.9 钙

按 GB/T 9723—1988 的规定测定。

5.9.1 仪器条件

光源:钙空心阴极灯。

波长:422.7 nm。

火焰:乙炔-空气。

5.9.2 测定

称取 5 g 样品,溶于水,稀释至 100 mL,取 20 mL,共四份。按 GB/T 9723—1988 中 6.2.2 的规定测定。

5.10 铁

5.10.1 不含铁的硝酸镍溶液的制备

称取 3 g 样品,溶于 60 mL 水中,加 25%硝酸溶液 1.5 mL 及 3 g 氯化铵,煮沸 2 min,滴加 10%氨水溶液至溶液呈碱性,过滤,用 20%硫酸溶液将滤液 pH 值调至 4~5,稀释至 75 mL。

5.10.2 测定

称取 1 g 样品,溶于 60 mL 水中,加 25%硝酸溶液 0.5 mL,煮沸 2 min,冷却,稀释至 85 mL,加 1 mL 盐酸、250 g/L 硫氰酸铵溶液 5 mL,摇匀,用 10 mL 异戊醇萃取。有机相所呈红色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取 25 mL 不含铁的硝酸镍溶液及含下列数量的铁标准溶液:

优级纯、分析纯.....0.005 mg Fe;

化学纯.....0.010 mg Fe。

稀释至 60 mL,与同体积样品溶液同时同样处理。

5.11 钴

按 GB/T 9723—1988 的规定测定。

5.11.1 仪器条件

光源:钴空心阴极灯。

波长:240.7 nm。

火焰:乙炔-空气。

5.11.2 测定

称取 5 g 样品,溶于水,稀释至 100 mL,取 20 mL(化学纯取 4 mL),共四份。按 GB/T 9723—1988 中 6.2.2 的规定测定。

5.12 铜

按 GB/T 3914—1983 的规定测定。

5.12.1 仪器条件

预电解电位:—0.9 V。

扫描电位范围:—0.9 V~—0.1 V。

溶出峰电位:—0.2 V。

5.12.2 测定

称取 0.5 g 样品,溶于 50 mL 盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$] 中,取 5 mL(化学纯取 1 mL),置于电解池中,用盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$] 稀释至 40 mL。按 GB/T 3914—1983 中 6.1 的规定:从“通入适当时间氮气”开始。

同时做空白试验。

结果按 GB/T 3914—1983 中 6.2 计算。

5.13 锌

按 GB/T 9723—1988 的规定测定。

5.13.1 仪器条件

光源: 锌空心阴极灯。

波长: 213.9 nm。

火焰: 乙炔-空气。

5.13.2 测定

称取 5 g 样品, 溶于水, 稀释至 100 mL, 取 4 mL (优级纯取 20 mL), 共四份。按 GB/T 9723—1988 中 6.2.2 的规定测定。

5.14 镉

按 GB/T 9723—1988 的规定测定。

5.14.1 仪器条件

光源: 镉空心阴极灯。

波长: 228.8 nm。

火焰: 乙炔-空气。

5.14.2 测定

称取 10 g 样品, 溶于水, 稀释至 100 mL, 取 20 mL, 共四份。按 GB/T 9723—1988 中 6.2.2 的规定测定。

5.15 铅

按 GB/T 3914—1983 的规定测定。

5.15.1 仪器条件

预电解电位: -0.9 V。

扫描电位范围: -0.9 V \sim -0.1 V。

溶出峰电位: -0.5 V。

5.15.2 测定

同 5.12.2。

6 检验规则

按 GB/T 619 的规定进行采样及验收。

7 包装及标志

按 GB 15346 的规定进行包装、贮存与运输, 并给出标志。

包装单位: 第 4 类。

内包装形式: NB-4、NBY-4、NB-5、NBY-5。

隔离材料: GC-2、GC-3、GC-4。

外包装形式: WB-1。

标志应注明“氯化剂”。