

HUAXUE SHIJI SHENGCHAN JISHU ZILIAO

化学试剂生产技术资料

化学工业出版社

HUAXUE SHIJI SHENGCHAN JISHU ZILIAO

化学试剂生产技术资料

14

北京化工厂 編

(内部資料·注意保存)

化学工业出版社

鉻 酸 鉀 K_2CrO_4

一、产品名称、性質、用途及規格

1. 产品性狀及用途:

产品名称: 鉻酸鉀

分子式: K_2CrO_4 分子量: 194.2

产品一般性質: 斜方形、黃色細結晶。能溶于水, 不溶于乙醇。比重2.732。熔点968.3。

产 溶 品 解 度	温 度	0°	10°	20°	30°	40°	50°	60°	70°	80°	90°	100°
	克/100毫升	58.2	60.0	61.7	63.4	65.2	66.8	68.6	70.4	72.1	73.9	75.6

用途: 分析試剂。

2. 产品規格:

最低含量: 不低于99%

最高不純物含量: %

測定項目	保證試劑	分析純	純
水不溶物	0.002	0.004	0.01
游离碱(OH)	0.03	0.03	0.06
氯化物(Cl)	0.001	0.003	0.005
硫酸盐(SO ₄)	0.01	0.025	0.05
鋁 (Al)	0.002	0.004	0.01
鈣 (Ca)	0.002	0.005	0.01

依据資料：ГОСТ 4489—48。

二、原料規格

原料名称	控制項目	檢驗方法
重鉻酸鉀	氯根0.002×5以下 硫酸根0.01×4以下 水不溶物	按ГОСТ 重鉻酸鉀檢驗方法
氮氧化鉀(三級品)		

三、制造理論及操作过程

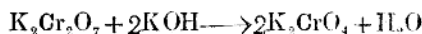
1. 理論：

(1) 精制重鉻酸鉀：

利用重結晶方法提純。

(2) 合成：

合成鉻酸鉀的反应如下：



(3) 保溫：

控制酸碱性，保溫两次，以水解去掉硅、鎂、鋁等杂质，否則将影响成品水不溶物不能合于規格要求。

2. 操作过程:

(1) 操作工序:

(a) 精制重铬酸钾:

① 洗涤: 取工业品重铬酸钾放入土缸中, 加蒸馏水至浸没结晶为止, 放置8~10小时, 然后用离心机甩干。

“注”如原料的硫酸根与氯根不大时, 不必浸泡洗涤。

② 溶解: 取洗涤过的原料 150 公斤放入土缸中, 加入 120 公斤蒸馏水, 然后通蒸汽煮沸, 使溶液比重为 1.26 (100°C), 并保持微沸, 保温 1 小时。

③ 过滤: 将溶液趁热过滤, 并保证滤液清亮。

④ 结晶: 滤液用结晶器冷却结晶, 至溶液温度下降至 30°C 以下停车, 取出结晶, 并用离心机脱水 (做第 1、2、3 项中间控制): 如氯根微大, 不能合格时, 可用少量蒸馏水洗涤结晶。

(b) 合成铬酸钾:

① 溶解: 把 50 公斤精制过的重铬酸钾放入不锈钢大桶内, 加入约 80 公斤蒸馏水, 通蒸汽至溶解。

取“纯”氢氧化钾 15 公斤放入不锈钢桶内, 加蒸馏水 40 公斤溶解。

② 合成: 将氢氧化钾溶液加入重铬酸钾溶液中搅拌均匀, 并调整 pH 值至 6 (用 pH 试纸检验), 通蒸汽煮沸后, 静置 5 小时, 至 40~50°C 时过滤, 收集清亮溶液 (溶解氢氧化钾时, 不应在土缸中溶解, 因氢氧化钾系一强碱, 能腐蚀土缸)。

③ 调整酸碱性: 把所得的微酸性滤液, 用氢氧化钾溶液调整至 pH 值为 10~11 (40°C 以下用 pH 试纸试之), 静置 3 小时过滤, 滤液必须清亮。

④ 将调整好酸碱性的清亮滤液用不锈钢蒸发锅蒸浓, 蒸至比重 1.30 (100~103°C)。蒸至将干涸时, 把结晶趁热用离心机甩干, 并进行中间控制第 4 项 (蒸浓后, 滤液在桶内新结出大粒

結晶，其不溶物不合格時，須重新處理，切勿與成品合併）。

(2) 母液處理工序：

母液處理方法隨原料而定：

(a) 所用重鉻酸鉀原料的氯根不超過5倍、硫酸根不超過4倍時，把母液蒸出的結晶再按第一工序泡洗一次，經重結晶仍可合格。

(b) 如原料的氯根大於6倍、硫酸根大於4倍時，母液蒸出的結晶可轉作他用。

(c) 如原料的硫酸根及氯根均不大時，母液可循環使用，但須注意原料溶解後的保溫時間及效果。

(d) 母液經加鹼處理後，仍可得出分析純和純級成品。

(3) 乾燥、包裝工序：

(a) 乾燥溫度為 $80\sim 90^{\circ}\text{C}$ （不得超過 100°C ）。

(b) 乾燥使用工具：烘箱、不銹鋼盤或搪瓷盤、不銹鋼勺或磁勺。

(c) 乾燥操作方法：所用工具必須用水洗淨並乾燥，再將產品平鋪於搪瓷盤中，放入烘箱，在乾燥過程中要經常翻攪，敲碎結塊，乾燥至不再沾勺時即可。

防止灰塵落入產品中。操作者應戴口罩、手套。

(d) 包裝：用375或500毫升廣口瓶，每瓶分裝500克，加電木蓋，並加上膠帽。操作者戴口罩和手套。

乾燥操作方法

所用工具說明

七、包裝

四、注意事項

1. 分析控制項目：

控 制 項 目	檢 驗 方 法
1. 重鉻酸鉀的氯根 (每批一次)	取1克样品溶于20毫升水中，加入10毫升比重1.15的硝酸，加热到50°C，再加入1毫升硝酸银，5分鐘內不混濁即为合格。
2. 重鉻酸鉀的硫酸根 (每批一次)	取10克样品溶于250毫升蒸餾水中，加热煮沸，加入用1克氯化鋇及2毫升浓盐酸配成100毫升的溶液25毫升，在水浴上保温2小时，然后放置一昼夜，不应有沉淀析出。
3. 重鉻酸鉀的溶解度 (每批一次)	取50克样品，用450毫升蒸餾水溶解，在水浴上保温一小时，不溶物不得超过0.5毫克。
4. 成品溶解度 (每鍋一次)	取50克样品溶于150毫升水中，微热后，其不溶物不得超过1毫克。

2. 安全注意事項：

(1) 重鉻酸鉀为一强氧化剂，在溶解通沸时有小微粒飞揚-对鼻粘膜及呼吸器官有刺激性，吸入过多量，能使鼻腔流血，操作时应戴紗布口罩。

(2) 操作重鉻酸鉀时应戴胶皮或胶布手套。

(3) 鉻酸盐有腐蝕作用，損害皮肤及粘膜，对鼻腔刺激性最大，故在操作时皮肤应擦保护油膏、鼻孔应涂凡士林。

(4) 溶解及使用氢氧化鉀时，必須戴胶皮手套、眼鏡。不得用热水溶解，或通蒸汽等加热。

(5) 注意热溶液的燙伤。

(6) 使用气水分离器(汽包)、离心机、蒸发鍋、結晶器遵守各該安全使用規程。

(7) 操作者发现小伤口时应立即治疗，避免延迟癢烂。