

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

33

北京化工厂 編

(内部資料·注意保存)

化学工业出版社

磷酸二氢铵 $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$

一、产品名称、性質、用途及規格

1. 产品性狀及用途:

产品名称: 磷酸二氢铵

分子式: $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$

分子量: 115.08

产品一般性質: 无色或白色結晶, 溶于 0.5 份水中, 水溶液呈酸性。

用途: 分析試剂(作緩冲剂)等。

2. 产品規格: 厂訂

最低含量: 98%

最高不純物含量: %

測 定 項 目	廠 訂 規 格
水不溶物 (NH ₄ OH 沉淀物)	0.015
碱金属	0.1
重金属(如Pb)	0.001
氯化物(Cl)	0.001
硫酸盐(SO ₄)	0.005
硝酸盐(NO ₃)	0.001
鉄(Fe)	0.002
砷(As)	0.0002

二、原料規格

原料名称	控 制 規 格
磷 酸	工业品
液 氨	工业品
硫化鉍	允許成份、顏色等不合格。

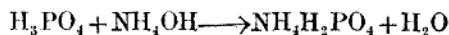
三、制造理論及操作过程

1. 理論:

(1) 原料中有鉄及其它碱性硫化氢沉淀物时, 可于碱性溶液中加入硫化鉍去掉。此时一些磷酸盐杂质亦可除去。

(2) 原料中有砷时, 可調整一鉍的 pH 值, 然后加入硫化鉍除去砷。

(3) 原料中有氯化物、硫酸盐时, 可用重結晶法除去。反应式如下:



2. 操作过程:

(1) 操作工序:

(a) 合成碱性磷酸鉍去鉄: 将磷酸适当冲稀, 通入氨气呈碱性 (但 pH 值不可甚大), 其浓度以不結晶为度; 再加入硫化鉍溶

液，直加至不变色为止。靜置等其沉淀，凝聚后加入粗活性炭少許，用布架过滤，滤液呈淡黄色。

(b) 合成磷酸銨去砷：于上述滤液中加入无鉄的磷酸，至溶液对甲基紅呈粉紅色时，加入硫化銨(此时以不結晶为度)，到砷完全除去为止。檢驗去砷合格后，将溶液过滤，于不銹鋼蒸发鍋上蒸发，到大部分結晶析出为止。

(c) 重結晶：将蒸出的結晶放在离心机上甩干，以少量水洗一次，溶解后过滤(可以加入好活性炭)。滤液放入不銹鋼蒸发鍋中，蒸发至大部分結晶析出为止。放置到 30°C 时甩干，再以少量水洗一次即可。

以上操作过程系在原料較差时应用，其中成品洗滌及第一次結晶洗滌一項，可視实际情况酌量免去，以提高产率。

(d) 直接合成：将 150 公斤磷酸，用一层玻璃布过滤，滤液放入不銹鋼桶中，再用虹吸管加入比重 0.90 的三級氨水約 60 公斤。用甲基紅校正 pH 值；呈桃紅色时可以冷却，然后結晶、甩干(在离心机上甩干，每車用 5 公斤水洗一次)。

(2) 包装工序：用 750 毫升螺絲口瓶，每瓶分装 500 克。

四、注意事項

1. 分析控制項目：

(1) 第一次結晶甩干时試氯化物：(工序(a))

取 1 克样品溶解于 10 毫升水中，加入 3 毫升硝酸和 1 毫升硝酸銀，其混浊度不大于含有 0.01 毫克氯根 (Cl) 的空白标准液，即为合格。

(2) 合成磷酸銨时試 pH 值：(工序(b))

取 2 毫升溶液冲稀，加入一滴甲基紅呈粉紅色。

(3) 測鉄的中間檢驗：(工序(a))

取 1 克样品溶于 15 毫升水中，加入 2 毫升盐酸，煮沸 2 分钟，

冷却后加入約30毫克过硫酸銨和15毫升正丁醇、硫氰化鉀溶液（取10克硫氰化鉀溶解于10毫升水中，加热至 $25\sim 30^{\circ}\text{C}$ ，再加入正丁醇100毫升，搖动至清亮为止）。搖动30秒后靜置分层，正丁醇层所呈紅色不深于标准（加同量的水，盐酸，过硫酸銨，正丁醇、硫氰化鉀溶液以及0.02毫克鉄）者为合格。

（4） 測砷的中間檢驗：（工序(b)）

将样品2克（准确至0.01克）置于60毫升的广口瓶中，加入25毫升水，2滴10%二氯化錫溶液，25毫升硫酸（比重1.84，1:4 稀释液）及7克鋅。

如为溶液作用的溴化汞紙片（将无灰滤紙浸于溶解1.25克溴化汞于25毫升乙醇中的溴化汞液中一小时，然后放入玻璃扩器內干燥，并剪成所需的大小紙条）的顏色，过2小时后，不深于为标准溶液（同体积中含有同量的二氯化錫溶液、硫酸、鋅及0.002毫克砷）所作用的溴化汞紙的顏色时，則認為样品符合标准。

2. 安全操作注意事項：

（1） 加硫化銨和通氯气时，須戴大口罩操作。

（2） 遵守离心机、蒸发鍋、汽包使用規程。

磷 酸 二 氫 銨

书号：（內）142

定价：0.02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年第1版

1960年3月第1版第2次印刷

开本：787×1092· $\frac{1}{32}$ 字数：3千字

印张： $\frac{4}{32}$

印数：2001—5000