

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

29

北京化工厂 編

化学工业出版社

(内部资料·注意保存)

醋酸鉀 CH_3COOK

一、产品名称、性質、用途及規格

1. 产品名称：醋酸鉀

分子式： CH_3COOK

分子量：98.14

产品一般性質：白色粉末，易潮解。比重 1.8。熔点 292°C 。

1 毫克能溶于 0.5 毫升冷水，0.2 毫升热水或 29 毫升酒精中。水溶液 $\text{pH} = 8$ ，对石蕊紙呈碱性反应。

用途：分析試剂。

2. 产品規格：

最低含量：92%

最高不純物含量：%

測 定 項 目	分 析 純	純
(1) 水不溶物	0.005	0.01
(2) 氯化物(Cl)	0.002	0.005
(3) 硫酸盐(SO ₄)	0.002	0.005
(4) 磷酸盐(PO ₄)	0.005	0.02
(5) 鈣(Ca)	0.002	0.005
(6) 鎂(Mg)	0.001	0.002
(7) 硫化氫組重金屬(Pb)	0.0005	0.001
(8) 鐵(Fe)	0.0005	0.001
(9) 酸度(CH ₃ COOH)	0.12	0.24
(10) 碱度(K ₂ CO ₃)	0.05	0.1
(11) 还原高锰酸钾的物质	合格	合格

依据資料：ГОСТ 5820—51。

二、原料規格

原 料 名 称	控 制 規 格
氢氧化鉀	工业品
醋酸	工业品
碳酸鉀	分析純
氢氧化鉀	分析純
活性炭	无鉄、氯、硫酸根，用酸洗至合格为止
硝酸銀	分析純

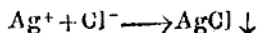
三、制造理論及操作过程

1. 理論：

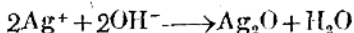
氢氧化鉀与醋酸中和，反应如下：



因所用的氢氧化鉀是工业品，Cl⁻較大，可用Ag⁺除去之：



过量的 Ag^+ 可在碱性溶液中生成 Ag_2O 沉淀:



除 Cl^- 后的溶液再以醋酸中和成醋酸鉀,氯化銀及氧化銀可以回收处理成硝酸銀后再用。

2. 操作过程:

(1) 操作工序:

(a) 中和及去氯: 将工业氢氧化鉀50公斤放在不銹鋼桶中, 加蒸餾水120公斤, 不断搅拌使其溶解后, 在不断搅拌下, 用虹吸管慢慢加进醋酸約60公斤, 至pH稍小于7的微弱酸性时, 再在不断搅拌下加进預先作好的适量的碳酸銀(見附注A), 然后通蒸汽煮沸并放置1小时, 用漏斗抽滤, 使溶液澄清不得有渾浊。

(b) 除Ag: 将滤清的滤液盛于不銹鋼桶中, 在不断搅拌下, 先加固体碳酸鉀約8公斤, 至呈碱性反应后再加固体氢氧化鉀約3公斤, 至不生成沉淀为止。然后加入100毫克洗好的活性炭(見附注B), 并通蒸汽煮沸, 放置至冷(要时常搅动), 再用預先鋪好活性炭的漏斗抽滤, 滤清液不得混浊。

(c) 成品的制备: 将滤清液用醋酸中和至 $\text{pH}=7$ (見附注c), 通蒸汽保温8小时, 再加活性炭过滤一次, 用直接火蒸浓至全部生成固体结晶(要小心搅拌, 不要使底部过热), 然后乘热甩干, 即为成品。

附注A 碳酸銀的制备: 以硝酸銀2公斤溶于5公斤蒸餾水中, 在不断搅动下加入0.5公斤碳酸鉀水溶液, 至不再有沉淀生成为止。静置, 然后用傾泻法洗至中間檢驗 NO_3^- 合格为止(备用的碳酸銀应存放水中)。

附注B 活性炭的洗法: 取活性炭, 先加浓盐酸洗去 Ca^{++} 、 Mg^{++} , 然后用水通蒸汽煮沸, 洗滌至中間檢驗 Cl^- 合格为止。最后再加入氢氧化鉀溶液煮沸一次, 以洗去吸附活性炭上的 Cl^- 。

附注C 工序(c)中的調节酸度应按下述情况掌握之: 在蒸浓至溶液表面刚刚結膜时取10毫升, 加水20毫升, 加3滴酚酞, 在加入0.1N NaOH 4~6毫升时为合格。

(2) 母液处理工序:

(a) 氯化銀及氧化銀可再生成碳酸銀。

(b) 母液可重复使用。

(3) 包装工序: 本品极易吸潮, 应快速包装。

四、注意事項

1. 分析控制項目:

工 序	控 制 項 目	控 制 次 数	检 驗 方 法
(a)	氯根	合格为止	取除氯的滤清液約 4 毫升, 加水 10 毫升, 比重 1.15 硝酸 1 毫升, 0.1N 硝酸銀 1 毫升, 所生成的混濁不应大于含 0.02 毫克 Cl^- 的标准。
(b)	重金屬	合格为止	取除 Ag^+ 的滤清液約 4 毫升, 加水 10 毫升, 加乙酸使成酸性, 加 5 毫升硫化氫飽和液, 所呈黯色不应深于含 0.005 毫克 Pb 的标准。
(c)	酸鹼度	一次	取成品 10 克溶于 50 毫升水中, 加酚酞 3 滴不应呈紅色, 再加 0.1N NaOH 液 2 毫升变紅色为合格。
附注 A	硝酸根	合格为止	取洗碳酸銀的洗液 10 毫升, 加 1 滴靛紅試液及 10 毫升浓硫酸, 10 分鐘内藍色不应消失。
成品	还原高錳酸鉀的物質		取 5 克样品溶于 25 毫升水中, 加 20 毫升硫酸溶液。“分析純”样品 0.5 毫升恰为 0.1N 高錳酸鉀溶液, 純样品 0.1 毫升恰为 0.1N 高錳酸鉀溶液。如經过 10 分鐘, 溶液的粉紅色不消失, 則証明样品合格。

2. 不正常現象及处理方法:

(1) 在工序(b)中发现滤液不清,呈深黄色,原因是滤液过滤前未放凉;或滤纸上未铺严活性炭。为避免这样情况的发生,应在放凉后,在铺严活性炭的滤纸上过滤。

(2) 在工序(c)中水不溶物不合格发生的原因是过滤不清亮;未中和保温;在蒸浓时,底部熔融。处理方法是过滤时多去头,过滤前应加保温,或蒸浓时搅动底部。依上述中间检验控制酸度,可在甩出的母液中加入适量乙酸。每10毫升母液加3滴酚酞,10毫升水及3毫升左右(视具体情况而定)0.1N NaOH,即变红。然后用此母液在离心机上洗结晶一次,以合格为度。

3. 安全注意事项:

(1) 在加醋酸中和时,要穿胶皮围裙,戴胶皮手套及眼镜;中和时一定要慢加勤搅,严防加酸太快,反应猛烈,溅出伤人。

(2) 使用煤气、蒸发锅、离心机时,遵守各该使用规程。

(3) 使用醋酸及氢氧化钾时,要戴眼镜、手套并穿胶皮围裙。如须打碎氢氧化钾须戴风镜。

醋 酸 钾

书号:(内)134

定价:0.03元

化学工业出版社(北京安定门外和平北路)出版

北京市书刊出版业营业许可证出字第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:787×1092-1/32 字数:3千字

印张: 6
32

印数: 2001-5 00