

# 化学试剂生产技术资料

北京化工厂 編

北京化工厂 編

化学工业出版社

(内部資料·注意保存)

磷酸氢二铵  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ 

## 一、产品名称·性質·用途及規格

## 1. 产品性狀及用途:

产品名称: 磷酸氢二铵 分子式:  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ 

产品一般性質: 白色或无色結晶。比重1.61。于空气中(尤其是潮时), 慢慢放出 $\text{NH}_3$ , 加热可失去 $\text{NH}_3$ 而成磷酸一铵。磷酸二铵0.1M溶液 $\text{pH} \approx 7.8$ 。于水中溶解度如下:

t°C	10	20	30	40	50	60	70
$(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ (%)	38.6	40.8	42.9	45.0	47.2	49.3	51.5

注: 若在磷酸二铵溶液中, 通入过量的氨, 则生成碱性較二铵强的磷酸铵而沉淀。

用途: 分析试剂(作缓冲剂等)等。

## 2. 产品規格:

最低含量: 97% ( $\text{pH} \approx 7.8 \sim 8.4$ )

最高不純物含量: %

測定項目	分析純	測定項目	分析純
不溶物	0.010	碱金屬	0.1000
氯化物	0.001	砷	0.0002
硝酸盐	0.001	重金屬	0.0010
硫酸盐	0.004	鉄	0.0002

## 二、原料規格

原料名稱	控制項目	控制規格	備注
磷酸  氨 *鹽酸 *硫化鈉 *氨水	鉄 砷 硫酸根 重金屬	Rosin規格×2~3 Rosin規格×2~3 Rosin規格×2~3 Rosin規格×2~3 99% 粗工業品 粗工業品 粗工業品	*合成磷化鈹 原料,用于处理 $H_3PO_4$ 中之Fe、As。

## 三、制造理論及操作过程

### 1. 理論:

(1) 合成磷酸一鈹, 精制一鈹:

若磷酸符合前面規格要求, 可直接做成二鈹。或直接作成一鈹, 結晶一次, 即可生成二鈹。但磷酸原料中, 常有如下杂质: 鉄、重金屬、砷、硫酸根、碱金屬, 故須处理方能使用, 处理原理如下:

(a) 砷: 先将磷酸加入氨水, 使 $pH=4$  小时加入硫化鈹, 可使砷除去。

(b) 鐵及重金屬：在已除去砷的溶液中再通入氨氣，在  $\text{pH}=7\sim 8$  時，加入硫化銨。

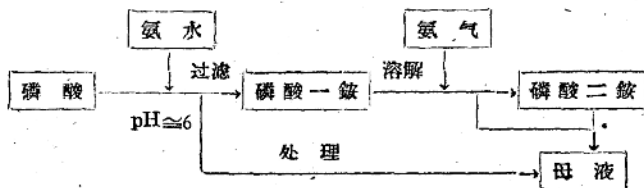
(c) 硫酸根及鹼金屬：此二雜質在一銨重結晶時可除去很多。若與規格相差不多時(1.5~2倍)，不必經過一銨重結晶，直接合成二銨即可去掉。

(2) 溶解一銨，通氨(合成二銨)，脫水：

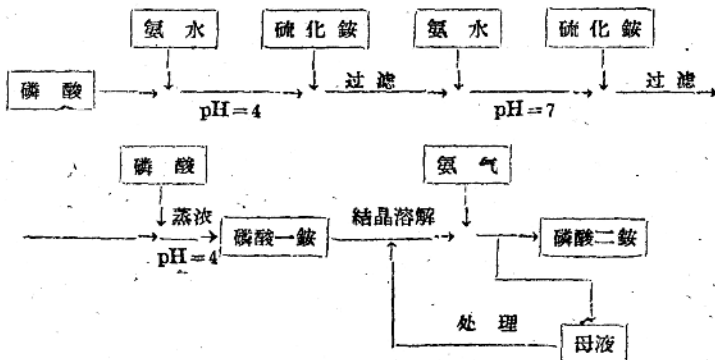
將一銨按規定比例溶解，先通入氨氣，到  $\text{pH}=6$  時過濾一次，再繼續通氨，到一定  $\text{pH}$ (詳見後)放冷甩干即可。

由於磷酸二銨所用的原料磷酸的雜質含量變化不定，生產磷酸二銨大約分下列三種方法處理：

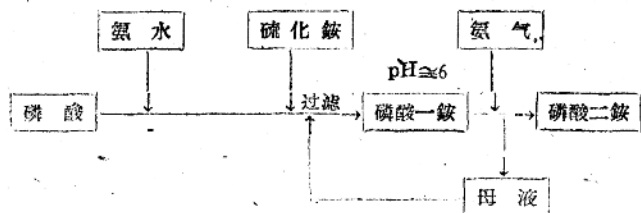
(a) 磷酸原料雜質鐵、砷、硫酸根、重金屬、鹼金屬等比規格大2~3倍時：



(b) 磷酸原料雜質含量均甚大時：



(c) 磷酸原料杂质铁、砷、重金属含量均很大，但碱金属及硫酸根较小，只为规格的3倍左右时：



## 2. 操作过程：

### (1) 操作工序：

#### (a) 合成磷酸一铵，精制磷酸一铵：

取150公斤粗磷酸放于不銹鋼大桶或大缸中，加水約100呎，用虹吸管加入工业氨水，直到 $\text{pH}=4$ （甲基紅試紙呈深紅色），放冷約 $40^{\circ}\text{C}$ ，加入 $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ （每缸約加5000毫升），加完后，放置半天；然后将此溶液放于蒸发鍋上煮5~10分钟，使硫磺、硫化砷凝聚，以便过滤。煮好后加入少許工业活性炭，用布架放滤紙过滤（此时中間檢驗分析砷）；滤清后加入工业氨水，使 $\text{pH}=7\sim 8$ ，再放冷，加入 $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ 去铁（作中間檢驗分析铁），再用布架放滤紙过滤，滤清后加入磷酸到 $\text{pH}=6$ ，蒸浓（蒸至較浓时再加入此磷酸到 $\text{pH}=4$ ），放冷結晶，脱水，用水洗一次（做中間檢驗，铁可大2倍，砷合格，硫酸根合格，碱金属大1.5倍）。

#### (b) 溶解磷酸一铵，合成磷酸二铵：

将上述一铵按重量加入半倍水，通氨到 $\text{pH}=6$ （或直接加氨水到 $\text{pH}=6$ ），搅拌使一铵溶解，用布架过滤，滤清后繼續通入氨气，直到所取結晶样品經甩干后，其15%溶液 $\text{pH}$ 值为 $8.8\sim 9.0$ 时为止，全部放冷，結晶后脱水即可。

注：通氨时，若有大量氨逸出，則須用水冷却，內部温度保持 $40\sim 50^{\circ}\text{C}$ ；同时通氨时必须时常不銹鋼棒搅拌，使各部分 $\text{pH}$ 值相同。

## (2) 干燥工序:

(a) 干燥温度: 60~70°C。

(b) 使用工具: 玻璃盘或不锈钢盘。

(c) 干燥方法: 在蒸汽干燥箱中干燥。干燥时加强搅拌, 使产品受热均匀, 避免局部受热产品分解。注意中间检验, 控制pH值; 干燥后, pH值应为8.2~8.4。

## 四、注意事项

## 1. 分析控制项目:

工序	控制项目	控制次数	检验方法
一	砷	每批一次	取除砷滤液蒸出一铍结晶。样品2毫克中加70毫升水, 8毫升浓硫酸, 2滴氯化亚锡, 5毫克锌。 标准: 4微克砷, 70毫升水, 8毫升浓硫酸, 2滴氯化亚锡, 5毫克锌
一	铁	每批一次	取除铁滤液加入硫化氢溶液, 不得变色
一	碱金属	每批一次	取一铍结晶分析, 允许比规格大1.5倍
一	硫酸根	每批一次	取一铍结晶分析, 应合格 10毫克样品, 加100毫升水, 2毫升浓盐酸, 煮沸后加入5毫升氯化钡, 放置一日, 沉淀(不得超过1毫克, 最好没有)
一	一铍 pH	每批一次	取一铍溶液加入甲基红呈淡红色
二	二铍 pH	每桶试验多次, 直到合格为止(上下各部试几次, 以保	取1克样品溶于7毫升煮过放冷的水中, 加入一滴酚酞, 所呈颜色介于pH8.8与9.0缓冲溶液*所呈颜色之间

工序	控制項目	控制次数	檢 驗 方 法
二	二銨pH	缸均勻；脫水后，也應再試。	*所用的緩沖液參考：Kolthoff著“pH与电位滴定”一書中第34頁所列配製方法：16.30毫升0.1N的NaOH加50毫升硼酸，沖稀到100毫升，pH8.8。21.30毫升0.1N的NaOH加50毫升硼酸，沖稀到100毫升，pH9.0

## 2. 安全注意事項：

(1) 磷酸中加入氨水時，虹吸管前接一段橡皮管插入磷酸中（不與缸壁接觸，以免爆破），避免放出大量氨氣。

(2) 去砷加硫化銨時，溶液要放冷到40°C以下，以免放出硫化氫有毒氣體。同時 $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ 要存放於陰涼處。

(3) 用蒸發鍋及移動各種熱溶液時，注意燙傷。

(4) 合成磷酸二銨時（通氨時），氨氣必須接洗瓶及空瓶，以免水進入氨罐中。操作時注意不使氨氣傷人。

### 磷酸銨二銨

書號：(內)105

定價：0.03元

化學工業出版社(北京安定門外和平北路)出版

北京市書刊出版業營業許可証出字第092號

化學工業出版社印刷廠印刷 內部發行

1959年第1版 1960年4月第1版 第2次印刷

開本：787×1092· $\frac{1}{32}$  字數：4千字

印張： $\frac{6}{32}$

印數：3,001—5,000