

HUAXUE SHIJI SHENGCHAN JISHU ZILIAO

72-101

化学试剂生产技术资料

北京化工厂 編

(内部资料·注意保存)

6.144

化学工业出版社

HUAXUE SHIJI SHENGCHAN JISHU ZILIAO

化学试剂生产技术资料

82

北京化工厂 編

(内部資料·注意保存)

化学工业出版社

草 酸 銨 $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

一、产品名称·性質·用途及規格

1. 产品性狀及用途

产品名称：草酸銨

分子式： $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 分子量：142.12

产品一般性質：无色結晶。比重 1.501。溶于水，微溶于酒精中。灼烧时可分解成氨及草酸，而不余任何殘渣。

$(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ 于水中溶解度如下：

溫 度 $^{\circ}\text{C}$	0	15	25	60	88	100
$(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4(\%)$	2.27	3.9	5.0	12.3	20.8	25.8

用途：分析試剂(分析鈣、鉛、稀土元素等)。

2. 产品規格

最低含量，保証試剂 99.8%

分析純 99.8%

純 99.5%

最高不純物含量：(%)

測定項目	保證試劑	分析純	純
水不溶物	0.003	0.005	0.015
灼燒殘渣	0.005	0.015	0.03
氯化物	0.001	0.001	0.002
硫酸鹽	0.005	0.01	0.02
重金屬	0.0002	0.001	0.0015
鐵	0.0002	0.0005	0.001

二、原料規格

原料名稱	控制項目	備 注
草 酸	不揮發物0.02% 氯化物0.002% 硫酸鹽0.002% $\times 2 \sim 3$ 重金屬0.0005% $\times 2$ 鐵0.0005% $\times 4$ 有機雜質合乎規格	根據ГОСТ 5873—51 檢驗方法
氨 水	成分25—27% 比重0.9 氯化物0.0001 $\times 2\%$ 重金屬0.0001% 鐵0.00002% 鈣0.0001% 鎳0.0001% 硫酸鹽0.0003% 澄清晰度不能混油	ГОСТ 3760—47
活性炭	鈣 鎳 鐵	該三項雜質用濃草酸煮過，用水洗過，即可合乎要求。

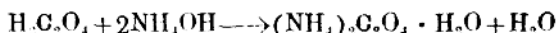
三、制造理論及操作过程

1. 理論

将草酸原料精制后，加氨水中和，甩干即为成品。

(1) 精制草酸：因原料草酸所含硫酸根、鉄、重金属不合二級规格要求，須重結晶精制。

(2) 中和：草酸与氨水作用，生成草酸銨：



(3) 甩干：甩干时，結晶溫度不得低于 25°C ，否則影响产品不溶物。

2. 操作过程

(1) 操作工序：

① 精制草酸：将分析过的草酸（工业）125公斤放于大缸中，加90公斤水，通蒸汽加热溶解（溶解时，勿用不銹鋼棒搅拌，因草酸侵蚀不銹鋼）；溶解后，用布滤架（并放少量处理过的活性炭）滤清，放置1~2日，等結晶析出完全后，在离心机上甩干，用水洗一次，分析鉄、重金属合于二級后再使用。

② 中和：取合乎二級规格的草酸約100公斤，加入30立升水溶解，然后用布滤架（放少量活性炭）过滤，滤液必須澄清透明。再慢慢将氨水用虹吸管加入草酸中，此时应注意下列几点：

(a) 为了避免玻璃屑混入，搅拌用的玻璃棒不要碰缸。

(b) 为了pH值均匀，中和时可以慢，但必須搅拌均匀。

(c) 避免外界尘土混入。

到 $\text{pH} = 8$ 时（使溴麝香草酚蓝变淡蓝色止），停止加入氨水，放置一日。

③ 甩干：将結晶在 25°C 以上取出，經分析合格后用离心机甩干，并用少量水洗涤，繼續甩干，再行分析。

活性炭处理方法：

取工业活性炭5大瓷勺放于15立升烧瓶中，加入0.5公斤工业草酸，2.5~5公斤水，使活性炭悬于溶液中，然后用直接火加热煮沸，再于抽滤漏斗抽干，用蒸馏水洗5次。

使用时，放于布架上，仍须用约20公斤水洗滌一次(连同滤布、滤纸一起洗滌，用热水更好)。

(2) 干燥、包装工序：

① 干燥温度：70~80°C。

② 干燥使用工具：玻璃盘或搪磁盘。

③ 干燥操作方法：将产品放盘中约3公分厚，放进烘箱，于70~80°C干燥，用磁勺不时搅拌，大块打碎，干至很松散时放冷，倒入干燥缸中。注意表面不要脱水；如发现表面发白，即有脱水现象，应把温度降低再干燥。

防止盐酸和硝酸气，工作时应戴手套及双层口罩，产品有毒，饭前洗手脸。

④ 中间控制：

1) 不溶物：取25克样品溶于250毫升水中，在水浴上保温一小时，溶液须清亮。

2) 酸碱性：本品应呈中性。用溴麝香草酚蓝作指示剂，显绿色或蓝色为合格(490毫升溶液加0.5毫升指示剂)。

⑤ 包装：用650毫升螺大口瓶，每瓶分装500克，用电木盖(内衬尼龙垫)，加胶套。操作时戴口罩。

四、注意事项

1. 分析控制

工序①草酸的重金属、铁：每批原料及每次结晶分析一次(根据ГОСТ 5873—51检验方法)。

工序②溶液的澄清度：每缸及每瓶氨水分析一次。

pH值：每缸分上、中、下共分析三次。取结晶约2毫克溶于

20毫升水中，加入2滴溴麝香草酚蓝，呈綠色或蓝色($\text{pH}=8$)。

工序③ pH 值：每次脫水分析一次(方法与工序②同)。

不溶物：每单位容积一次。取50毫克样品加500毫升蒸餾水，保溫一小时，不得混浊，不溶物1.5毫克。

氯化物：每单位容积一次。取样品2毫克溶于50毫升水中，加入5.5毫升浓硝酸，1毫升硝酸銀。

标准：0.02毫克 Cl^- (0.2毫升标准液)，50毫升水，5.5毫升硝酸，1毫升硝酸銀。

加入硝酸銀的时间要一致，放置20分钟后对比。

2. 不正常現象及处理方法

(1) 不溶物中有玻璃屑：原因是进行中和操作时，玻璃棒質量不好，遇热碎裂，或操作时玻璃棒与缸壁碰撞而有玻璃屑落下。避免方法是使玻璃棒慢慢遇热，先热后再放入缸中；搅拌时，不使其触及缸壁。溶液中已有玻璃屑时，可过滤重結晶一次。

(2) 成品氯化物大：原因是原料中氯化物大，可用洗滌或重結晶方法处理。

3. 安全注意事項

(1) 草酸有毒，操作时应戴胶皮手套、口罩及眼鏡。

(2) 中和时，操作地点必須通风良好。

草 酸 鈹

书号：(内)194

定价：0.03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9月第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—5000