

HUAXUE SHIJI SHENGCHAN JISHU ZILIAO

42-71

化学试剂生产技术资料

北京化工厂 編

(内部資料·注意保存)

7.144

化学工业出版社

PDG

HUAXUE SHIJI SHENGCHAN JISHU ZILIAO

化学试剂生产技术资料

48

北京化工厂 編

化学工业出版社

(内部资料·注意保存)

氧化鋅 ZnO

一、产品名称、性質、用途及規格

1. 产品性狀及用途:

产品名称: 氧化鋅

分子式: ZnO

分子量: 81.38

产品一般性質: 白色或淡黄色的无定形粉末, 在空气中能吸收二氧化碳。不溶于水及醇, 溶于稀酸、氢氧化鋁、碳酸鋁或碱金属氢氧化物。

用途: 分析試剂, 顏料, 医药等。

2. 产品規格:

最高不純物含量: %

測定項目	分析純	測定項目	分析純
硫酸不溶物	0.010	砷 (As)	0.0001
碱金属碳酸盐	合格	鉄 (Fe)	0.001
氯 根	0.001	鉛 (Pb)	0.005
硝酸根	0.005	鎂 (Mg)	0.0005
硫(按SO ₄ 計)	0.010	还原物質过锰酸钾	合格
碱金属及碱土金属	0.1		

依据資料: Rosin 一級。

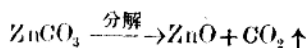
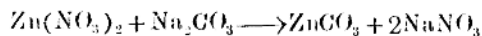
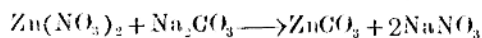
二、原料規格

原 料 名 称	控 制 規 格
鋅 粒	電 解
硝 酸	分 析 純
无水碳酸鈉	純

三、制造理論及操作过程

1. 理論:

先以鋅与硝酸直接作用制得硝酸鋅; 然后使硝酸鋅再与碳酸鈉合成而得碳酸鋅。取出白色沉淀碳酸鋅, 經洗淨、焙烧、分解即得氧化鋅。反应式如下:



2. 操作过程:

(1) 操作工序

(a) 制备硝酸鋅溶液: 取 15 蚌壳瓶 15 个放木座上, 每瓶先加蒸餾水約 5 蚌, 再加鋅粒 1500 克 (如使用反应剩余的鋅时, 可多

加200~300克)，然后徐徐加入比重1.4硝酸4公斤(开始时可先加1公斤左右，每当见反应缓慢时，每瓶可續加硝酸200~300毫升。在加硝酸时，必須注意不发生大量的氧化氮。15个烧瓶共应加硝酸60公斤，約需80~90分钟加完)；此时烧瓶内尚有一部分鋅粒未反应，可将烧瓶移到水浴鍋上通蒸汽保温4小时，以便使硝酸与鋅粒繼續反应。(在过量鋅存在下，在保温中能将重金属完全置换去淨)当烧瓶内容物不再有气泡发生时，可将硝酸溶液全部移到带釉土缸里，通蒸汽加热至沸，經中間控制(1)、(2)合格为止；再加水稀释到比重1.1左右，用布滤架鋪双层滤紙过滤，滤液再作一次中間控制(2)合格后，再平分为两缸备用。

(b) 制备碳酸鈉溶液：取三級无水碳酸鈉(含1个結晶水)30公斤(結晶碳酸鈉約70公斤)，加蒸餾水通蒸汽溶解后趁热过滤，加水稀释至比重为1.1备用。

(c) 合成碳酸鋅：將澄清的碳酸鈉溶液，在不断搅拌下，分別加入上述的硝酸鋅溶液里。此时搅拌的速度要快，同时碳酸鈉加入的速度也要快，直到pH8时停止加碳酸鈉，再繼續搅拌15分钟，通蒸汽煮沸20分钟，靜置使其沉下。

(d) 洗滌：用皮管吸去已沉好的碳酸鋅的上层清液，再加入大致与前等量的蒸餾水(必須边加边搅)；当水加完后，再搅拌5分钟，靜置使沉。如此反复洗滌15~16次后再通蒸汽，边搅边煮沸20分钟(由开始煮沸时算起)，再繼續洗滌如前，經中間控制(3)、(4)合格后，再繼續通蒸汽洗滌3次后靜置使沉；吸去上层清液，用布滤架鋪綢布过滤。

(e) 脫水、烘干：过滤后的碳酸鋅，可用离心机脫水(每次装入量不可过多；每缸沉淀以分两次脫水較为适宜)，先慢轉，逐漸加快到滤液成小細流为止(此时应另备搪瓷桶接随滤液流出的粉尘，澄清后可作下次原料用)。最后將脫水好的块状碳酸鋅裝在不銹鋼盘里(每盘約裝2公斤)，全部搗成小块后放入真空烘干器里烘

4~5小时(在减压下保持 95~100°C左右),再捣碎一次,再烘 8~10小时即可。

(f) 焙烧:将烘干的沉淀放在大型蒸发皿中(直径300厘米,每一蒸发皿装2.5~3公斤),放入高温炉在450°C左右焙烧 9~10小时(有硝酸根时,可在750°C左右焙烧 5~6小时),经中间控制(3)、(4)合格时,由炉里取出,放在不锈钢桶或搪瓷桶里严密封好,以防吸潮。

(2) 包装:用 500 毫升白色磨口瓶,每瓶分装 500 克。

四、注意事项

1. 分析控制:

(1) 制备硝酸铋:

a. 铁:称 2 克样品(准确至 0.01 克)放入 50 毫升锥形瓶中,加 8 毫升水,再加硝酸约 4 毫升,加热溶解之,放冷后加 2 毫升 1% 的磺基水杨酸溶液,混匀后,再加 2 毫升氨液,重新混匀后所生的黄色不深于标准,则认为合格。

标准含 Fe^{3+} 量:分析纯 0.02 毫克 Fe^{3+} ; 纯 0.1 毫克 Fe^{3+} 。并在 12 毫升水中加 2 毫升 1% 磺基水杨酸溶液,混匀后再加 2 毫升氨水,再重新混匀之。

b. 重金属:称 2 克样品(准确至 0.02 克)放入 10 毫升水中加热,并滴加盐酸搅拌,使其恰溶稀至 20 毫升,取 5 毫升溶液,加入 0.1 毫克铅和 30 毫升 10% 的氧化钾溶液,加水至 50 毫升,作为标准。

将剩下的 15 毫升溶液,在不断地搅拌下,加入 30 毫升 10% 氧化钾溶液,加水至 50 毫升,与标准比较,浅于标准者为合格。

(2) 制备碳酸铋:

a. 硝酸根:称 1 克样品与 8 毫升水混合后,加入 1:5000 的 0.05 毫升靛蓝,并徐徐加入 10 毫升硫酸,如出现蓝色应保持 5 分钟。

b. 氯化物：取2克样品溶于5毫升硝酸和15毫升水的冷却混合溶液中，加1毫升硝酸银，其混浊度不应大于标准。

标准：同体积溶液内含有同量的硝酸、硝酸银和下列 Cl^- ；分析纯……0.1毫克 Cl ；纯……0.2毫克 Cl 。

2. 操作注意事项：

(1) 制备硝酸锌时，加酸速度不可太快，以免反应速度过猛，硝酸从瓶内溢出。

(2) 洗涤工序中保温时间不应过短，否则重金属不能完全置换好，且会剩下游离硝酸而影响铁的除去（因呈酸性）。为了把铁除净，可调整酸度到 $\text{pH}5\sim6$ 以下再加水冲稀。

(3) 重金属未合格前不可用水冲稀，否则再继续保温也不可能将重金属除去。待重金属合格后可冲稀加热，使铁彻底析出。溶液须趁热过滤，过滤后再检验一次铁，以保证合格。

(4) 合成碳酸锌时碳酸钠可稍过量，但 pH 值不可超过9，否则会产生沉淀困难。通蒸汽煮沸 $20\sim30$ 分钟，可防止沉淀将碳酸钠包裹，造成洗涤的困难。

(5) 在洗涤工序中，每当换一次水或通一次蒸汽时，必须彻底搅拌5分钟。为了节约蒸馏水，可用洗涤过的洗涤水来洗涤刚合成的碳酸锌。

(6) 焙烧时炉门应打开 $3\sim4$ 寸左右，以放出所发生的二氧化碳。取焙烧皿时，应先放在炉口停十几分钟，以防止焙烧皿的破裂。

(7) 焙烧温度有两种，对无硝酸根的碳酸锌，可保持在 $400\sim450^\circ\text{C}$ 左右，但必须焙烧 $9\sim10$ 小时以上，否则碳酸根不合格；如在烘干后发现硝酸根，则可将温度提高到 750°C ，焙烧 $5\sim6$ 小时，但此时所烧成的成品碱性碳酸盐必大，有再洗涤、烘干的必要。

(8) 通蒸汽加热时，应先将蒸汽向另备的搪瓷桶的水里通数

分钟后，再通入洗滌缸內；但繼續使用时无此必要。停止通气时，应先将通气管从缸中取出，再关闭节門，以防止逆流。

(9) 保温时，如发现因水解有大量的氢氧化鋅发生，可稍加硝酸将其大部分溶解，以防損失；但若完全溶解，硝酸又有过量的危险。

(10) 如在硝酸鋅冲淡后或在硝酸鋅过滤后发现有过量的铁离子时，可加少量氨水以調整酸性(因有过量硝酸)。过滤不完全可再过滤。

3. 安全注意事項：

(1) 合成硝酸鋅时应戴口罩、眼鏡、胶皮手套，并穿胶皮围裙。

(2) 通蒸汽时，应戴手套，并注意蒸汽压力不超过18磅。

(3) 焙烧时应戴石棉手套，取焙烧皿时应使用长柄坩堝、鉗子，以免燙伤。

(4) 调节温度的仪表勿随意开关，換干条紙或看仪器內部时，应先关闭电路。

氧 化 鋅

书号：(內) 157

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：4千字

印张： $\frac{6}{32}$

印数：2001—5000