

HUAXUE SHIJI SHENGCHAN JISHU ZILIAO

72-101

化学试剂生产技术资料

北京化工厂 编

6144

化学工业出版社

HUAXUE SHIJI SHENGCHAN JISHU ZILIAO

化学试剂生产技术资料



北京化工厂 編

(内部資料·注意保存)

化学工业出版社

硫酸鋇 $3\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$

一、产品名称·性質·用途及規格

1. 产品性狀及用途

产品名称：硫酸鋇

分子式： $3\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$

分子量：769.54

产品一般性質：白色結晶形粉末。比重 3.1。易溶于水，不溶于酒精。其在水中的溶解度，随溫度升高而减小，20°C 时溶 43.4%，60°C 时溶 45%，100°C 时溶 37.7%。

用途：真空管工业，分析硫化氢、丁烯二酸等，馬氏試砷法作为触媒。

2. 产品規格

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	0.01
砷金屬	0.05	0.1	0.2
鋅	0.005	0.01	0.02
鉛	0.02	0.05	0.1
氯化物	0.002	0.005	0.01
鎘	0.01	0.02	0.05
銅	0.002	0.005	0.01
鐵	0.0002	0.0005	0.002
鉍	0.005	0.01	0.02
碲	0.00005	0.0001	0.0002
氫总量	0.002	0.004	0.006

二、原料規格

原料品名	控制項目	原料品名	控制項目
金屬鎢	99.9%	硫酸銅之砷金屬	0.1%
金屬鎢與硫酸銅之鋅	0.01%	雙氧水	30%
硫酸銅之碲	0.00005%	酒精	鐵, 外表應無色

三、製造理論及操作过程

1. 理論 由于銅的活動次序在鎢以下，加入金屬鎢在硫酸銅溶液中加熱，即漸漸反應生成金屬銅沉澱出來。

2. 操作过程

(1) 操作工序：

① 作硫酸鎢溶液：溶解硫酸銅27公斤于60公斤熱蒸餾水中，通蒸汽使其完全溶解，漸漸加入15公斤洗好的金屬鎢片，繼續通入

蒸汽且搅拌，直到銅的藍色消失后，再在 $80\sim 90^{\circ}\text{C}$ 以下保溫过夜，至溶液完全沒有藍色，可用濾布兩層濾紙6張濾清。

② 去鐵：在比重1.15或1.2的硫酸銅溶液中，加入約200毫升30%的雙氧水及50克活性炭，通蒸汽使鐵沉出完全為止。然后在 90°C 以下保溫过夜，作中間控制合格后即可過濾，濾液必須清亮。

③ 結晶：將濾好的溶液加入幾塊金屬鋁，蒸发至比重1.5左右取出，放冷，過濾，濾液須澄清透明；然後加入50毫升硫酸（三級品），調 $\text{pH}=1$ ，再將其加入同體積的濾清酒精中，用玻璃棒不時攪拌，約3小時，有大量沉淀出現，即是硫酸鋁。待生成完全后吸出母液。

④ 甩干：將母液吸出后取出結晶，用少量水洗滌一次，甩干即成成品。

（2）半成品及母液處理工序：

① 沉下的銅渣和未作用的鋁片，可再加入適當的硫酸銅，直接通入蒸汽，使其作用完全。

② 酒精回收，可再使用。

③ 沉出后的母液可加碳酸鈉沉淀成碳酸鋁。

（3）干燥、包裝工序：

① 干燥溫度： 40°C 。

② 使用工具：玻璃盤、磁勺。

③ 干燥操作方法：產品放盤內薄點，在 40°C 的低溫烘箱或室溫干燥。干燥時須攪拌，并把塊子打碎，不沾勺即可。并在干燥時防止本品飛揚，注意任何酸氣、氫氣侵入，不使混入玻璃渣、灰塵等。操作者戴口罩及布手套。

④ 包裝：用355毫升廣口玻璃瓶，每瓶分裝500克。蓋嚴，燙蜡。

四、注意事項

1. 分析控制

(1) 鐵：取溶液 5 毫升，加蒸餾水 5 毫升，鹽酸 1 毫升，過硫酸銨 30 毫克及硫氰化鉀溶液 5 毫升，只允許生成極微的淡粉色。

(2) 不溶物：取樣品 50 克溶于 230 毫升水中，在溶液中加 0.5 毫升 0.1N 的硫酸，在水浴上保溫 1 小時，溶液不顯混濁，不溶物不超過 2.5 毫克，即可合乎二級規格。

2. 不正常現象及處理方法

在硫酸錫的溶液中加入雙氧水，保溫後不能生成 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 沉淀，且溶液中 Fe^{+++} 不合格；原因是硫酸錫的酸性太大，可作如下處理：

(1) 控制生產前硫酸錫的 pH 值不在 6 以下；如在 6 以下，應用重結晶方法把酸性去掉。

(2) 在硫酸錫溶液中加入碳酸錫，使酸性降低，然後加入雙氧水去鐵。

3. 安全注意事項

(1) 錫鹽有毒，操作時帶紗布口罩，以免進入口中，飯前洗手。

(2) 酒精應和火源隔絕。

(3) 反應時，應戴膠皮手套，穿膠皮圍裙。

(4) 合成硫酸錫應在毒氣櫥中或通風良好場所進行。

硫 酸 錳

书号：(内)192

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· $\frac{1}{32}$ 字数：2千字印张： $\frac{11}{32}$

印数：2001—5000