

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



北京化工厂 編

(内部資料·注意保存)

化学工业出版社

硫酸高鉄鉍 $\text{Fe}(\text{NH}_4)(\text{SO}_4) \cdot 12\text{H}_2\text{O}$

一、产品名称、性質、用途及規格

1. 产品性狀及用途:

产品名称: 硫酸高鉄鉍(鉄鉍矾)

分子式: $\text{Fe}(\text{NH}_4)(\text{SO}_4) \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 分子量: 482.2

产品一般性質: 淡紫色八面形透明結晶。在空气中能风化。能溶于三份水中; 不溶于醇。其稀釋水溶液放置或加热, 則分解甚速, 析出盐基性硫酸鉄沉淀。比重1.71。熔点 230°C (失去 $12\text{H}_2\text{O}$)。其在水中的溶解度如下:

温 度	25°	100°
毫克/毫升	124	400

用途: 滴定卤素时用作指示剂。

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	0.005	0.01	0.015
氯化物 (Cl)	0.0005	0.001	0.005
鐵 (Fe)	0.001	0.002	0.005
銅 (Cu)	0.002	0.005	0.01
鋅 (Zn)	0.003	0.005	0.01
砷金屬鹽及砷土金屬鹽	0.05	0.05	0.2

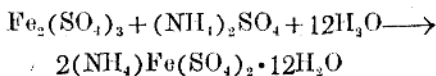
二、原料規格

原料名稱	控制規格	備注
硫酸鐵*	三級品	*除不溶物、砷土金屬與砷金屬 允許按 Rosin × 2 外，余均符合 Rosin 指定。
硫酸	二級品或三級品	
过氧化氢	30%	
酒精	工業品	
硝酸	三級品	
硫酸亞鐵	二級品或三級品	

三、製造理論及操作过程

1. 理論：

合成反应如下：



2. 操作过程：

(1) 操作工序：

(a) 將硫酸亞鐵氧化成硫酸高鐵：

將 50 公斤硫酸亞鐵放入附有套鉗的高缸內，加入 25 公斤水，然後慢慢加入 12 公斤濃硫酸，混均後，隨攪拌隨加入 10 公斤比重

1.4的硝酸(分4次加),待全部加完后,于套缸内通蒸气加热,至不发生反应为止。

(b) 除去硝酸根:

在上述氧化好的溶液内,每隔20分钟左右加入0.25公斤酒精(加入前应先搅拌一下),如此共约加入5公斤左右。最后一次加酒精时,放置1小时,并于套缸内通以蒸气加热,直到对硝酸根的中間控制合格为止。

(c) 加硫酸铵合成:

在已除去硝酸根的溶液中加入12公斤三級硫酸铵,在套缸内通入蒸气加热,使其溶解完全(用玻璃棒搅拌均匀),比重达1.38至1.42之間(夏季),或1.22至1.28之間(冬季),用蓮蓬漏斗减压抽滤(多接几次头),必須过滤澄清透明为止。

(d) 加过氧化氢氧化:

将以上滤清的溶液倒入小土缸内,随搅拌随加入1公斤左右30%的过氧化氢,氧化至对亚铁中間控制合格时为止。

(e) 放冷结晶:

将上述已合格的亚铁溶液再調整一下比重。缸口用油光紙封好,放在溫度較恒定的地方緩慢冷却,放置的时间約5~6天左右。

(f) 取出结晶甩干:

将已结晶好的半成品用不銹鋼鈎或鈍鈎砸碎取出,如成品表面帶淡黃色(盐基性硫酸鉄),甩时用10%稀硫酸冲洗一次。甩干后即封閉缸口,送去包装。

(2) 母液处理工序:

初次结晶取出后,母液可蒸浓、过滤、再结晶之,如结晶成品表面帶淡黃色(盐基性硫酸鉄)可試用淡硫酸冲洗之;如结晶成品略附有氯根杂质,可試用蒸餾水(或用极淡硫酸)冲洗,然后甩干,經檢驗决定規格。

(3) 干燥工序:

(a) 干燥温度: 30°C 以下, 室温。

(b) 干燥使用工具: 玻璃皿或搪瓷盘, 磁勺。

(c) 干燥方法: 将产品放盘中约 2 公分厚, 在室温 30°C 以下凉干, 中间经常搅拌, 干至不沾勺。干好后倒入大缸中, 用纸封好。

干燥时防止盐酸气。注意温度不可过高, 以免影响成品的形状。

四、注意事项

1. 分析控制项目:

水不溶物: 溶解 10 克样品于 100 毫升水中, 加 1 毫升盐酸, 在水浴上加热 1 小时, 其不溶物不大于 1 毫克。

2. 不正常现象及处理方法:

(1) 产品中高铁铍成分不匀或产率太小: 溶解合成时所用水量过少(浓度大), 则高铁铍成分不易均匀; 所用水过多(浓度小)则又影响产率。处理方法: 严格遵守溶解时水的用量。

(2) 产品中铁、铍所含比例不准确: 原因是两种原料的比例未配好; 或两种原料未溶化完全即行过滤。处理方法: 配料时控制比例; 必须溶解完全后过滤。

(3) 滤液或结晶杂有不溶物: 原因是过滤不好。处理方法: 过滤时随时检查滤液, 并防止灰土混入。

(4) 产品含铁量低: 与比重有关; 母液比重大, 冷却时过于迅速, 往往容易发生此情况; 比重小, 不易出结晶, 产率低。处理方法: 结晶缸应放在温度较恒定的地方, 缓缓冷却, 放置约 5~6 天左右。

3. 安全注意事项:

(1) 注入硫酸要慢; 必须在水冷时加, 不得在水热时加。

(2) 溶解及取结晶时均应戴眼镜。操作时穿胶皮围裙, 移取

热溶液时加穿胶皮套鞋，以防烫伤。

(3) 遵守离心机使用規則。

(4) 遵守三酸使用規則。

(5) 氧化及去硝酸根时，在通风良好場所操作。

(6) 加酒精去硝酸根时，有乙醛味发生(有毒)；故每次加完酒精后，均須远离操作地点。

硫酸高铁铍

书号：(内)148

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： $\frac{6}{32}$

印数：2001—5000
