

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

100

北京化工厂 编

化学工业出版社

(内部资料·注意保存)

氯化高铁 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

一、产品名称、性状、用途及规格

1. 产品名称、性状及用途

产品名称：氯化高铁(三氯化铁)

分子式： $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 分子量：270.32

产品一般性质：红棕色、褐黄色或橙黄色块状结晶，潮解性极强。极易溶于水、乙醇中。见光时一部分分解为亚铁。熔点 37°C 。

FeCl_3 的溶解度

温度($^\circ\text{C}$)	0	10	20	25	35	50	55	60	73.5	80	100
%	42.7	45.0	47.9	49.8	73.8	75.9	78.6	78.8	81.8	84	84.3

FeCl₃ 溶液比重

%	5	11	17	21	25	30	35	45	50
比重	1.043	1.095	1.150	1.191	1.234	1.292	1.352	1.481	1.574

用途：分析试剂，照象，制版，印染，医药等。

2. 产品规格

最高不纯物含量：%

测定项目	分析纯	纯	测定项目	分析纯	纯
不溶物	0.01	0.05	锌	0.003	0.01
硝酸盐	0.01	0.03	亚铁	0.002	0.005
磷酸盐	0.01	0.03	砷	0.002	0.01
硫酸盐	0.01	0.03	碱金属与碱土金属	0.1	0.5
铜	0.005	0.01			

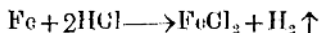
二、原料规格

原料名称	控制规格	备注
盐酸	二、三级品	通硫化氢用
盐酸	工业品	
电解铁	工业品	氧化用
氯气	工业品	通硫化氢用
硫化铁或硫化铜	工业品	
活性炭	工业品	

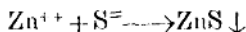
三、制造理论及操作过程

1. 理论

(1) 合成氯化亚铁：



反应的終点，pH 值应为 3—4，以适应通硫化氢去鋅的条件。除去重金属与鋅：

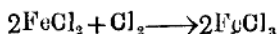


将已合成的氯化亚鉄溶液冲稀到 225 公升以上，以适应去鋅的条件。如溶液过浓，通入硫化氢后即析出大量硫化鉄而增加酸度，鋅便不能析出；而溶液冲稀后，当通入硫化氢时，即生成硫化鋅而析出。根据实验，在 1M、2M 及 2.5M 的氯化亚鉄溶液中，以 1M 氯化亚鉄溶液的鋅去得最完全。冲稀到 225 公升的目的，即使溶液达到 1M。

将去重金属与鋅后的溶液蒸浓，一方面可赶走多余的硫化氢，另一方面使氯化亚鉄结晶。

将结晶后又溶解的氯化亚鉄过滤，可滤去不溶物；并使硫分离，以免在通氯气氧化时被氧化成硫酸根。

(2) 氧化：



(3) 蒸浓：

沸 点	140°C	150°C	160°C	170°C	180°C
比 重*	1.64	1.68	1.72	1.76	分 解

* 指 90~100°C 时比重

蒸浓后通入氯气以氧化一部分在加热时被还原的鉄。

(4) 结晶：

$\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	熔 点	37°C
$\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + \text{FeCl}_3 \cdot 3.5\text{H}_2\text{O}$	熔 点	27.4°C
$\text{FeCl}_3 \cdot 3.5\text{H}_2\text{O}$	熔 点	32.5°C
$\text{FeCl}_3 \cdot 3.5\text{H}_2\text{O} + 2.5\text{H}_2\text{O}$	熔 点	30°C

$\text{FeCl}_3 \cdot 2.5\text{H}_2\text{O}$	熔 点	$\begin{cases} < 50^\circ\text{C} \\ 56^\circ\text{C} \end{cases}$
$\text{Fe}_2\text{Cl}_6 \cdot 2.5\text{H}_2\text{O} + 2\text{H}_2\text{O}$	熔 点	55°C
$\text{Fe}_3\text{Cl}_9 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	熔 点	73.5°C

2. 操作工序

(a) 准备工作:

(1) 洗滌金属鉄:

取金属鉄23公斤置缸中，加蒸餾水至全部浸沒。半小时后，將水傾去，再加水至全部浸沒，振蕩数分鐘后傾去。如此反复洗滌数次，必要时可用5%盐酸洗，然后再用水洗。

(2) 洗滌活性炭:

取0.5公斤活性炭放入10公升烧瓶內，加入4公斤蒸餾水及0.25公斤三級盐酸，加热煮沸数分鐘后抽滤吸干，用蒸餾水洗滌至对甲基橙不呈酸性反应为止(呈黄色，不变紅色)。

(b) 主要工序:

(1) 合成氯化亚鉄溶液:

取23公斤电解鉄放入套缸中，加入20公斤蒸餾水，再慢慢加入41公斤三級盐酸(控制加酸速度，以免溶液因反应剧烈溢出缸外)。全部作用緩慢后，通蒸气加热促其反应，直至全部溶液pH为3~4(使甲基橙呈黄色)。再将溶液移大缸中，冲稀至225公升以上，并冷却至室温(25°C 以下)。

将大缸內的氯化亚鉄溶液通以硫化氢，至溶液变黑时，将缸口用木盖盖好(仅留一小孔)，再續通8小时，然后全部封好缸口，放置4小时。中間檢驗(1)鋅合格后，繼續操作，否則再通硫化氢。將溶液用滤架(鋪二层滤布、四层滤紙，并复以活性炭)过滤，滤液必須澄清透明。在全部滤液中加入2公斤三級盐酸，混勻后，用大烧瓶在煤炉上将溶液蒸发，直至体积减少1/3为止。冷却，使氯化亚鉄結晶，經中間檢驗(4)磷酸根合格后，溶解，溶液比重为1.2时过滤，

滤液需澄清。

(注) 装置硫化氢发生器：用硫化铁及1:1工业稀盐酸发生硫化氢。使用时先通过有10%硫化钠溶液的洗瓶，再通过一个水洗瓶，然后通入到氯化亚铁溶液中。

(2) 氧化：

将滤清溶液放入密闭土缸中，通氯气氧化，直到中间检验(2)合格止。氧化时间约24小时。

(3) 蒸发、结晶：

将溶液放烧瓶中，蒸发至比重1.64(冬天)或1.72~1.75(夏天)时(全为煮沸时的比重)，将蒸浓溶液倒入小缸中，此时通入氯气，直至无亚铁存在为止〔中间检验(2)〕。将缸封好，用冰冷却，至结晶全部析出，砸碎包装。

3. 母液处理工序

母液可冲稀一倍，加盐酸(使无氢氧化铁)，再蒸发结晶。

4. 包装 用500毫升棕色磨口瓶，烫蜡。

四、注意事项

1. 分析控制项目

(1) 工序(a)控制锌：

取滤液15毫升，加2滴浓盐酸，用5毫升双氧水氧化。加热至沸，用力搖荡，并加入10毫升10%氨水，乘热过滤，用热水洗滌沉淀。合并洗液与滤液，用冰醋酸中和，并多加1毫升，稀释至50毫升放冷，加入1毫升新配的黄血盐。标准用0.06毫克锌(0.6毫升)，加1毫升冰醋酸，稀释至50毫升放冷，加入1毫升黄血盐(黄血盐須同时加入)。二者相比较，样品液之混浊度不得超过标准。

(2) 工序(b)控制亚铁：

取4毫升溶液冲稀至50毫升，加1滴10%赤血盐溶液，不应呈任何程度的蓝色。

(3) 成品控制锌：

溶2克样品于20毫升水中，加热至沸后，随同搅拌，将其加入30毫升水及10毫升浓氨水的混和液中。趁热过滤，以热水洗沉淀，使成60毫升溶液。将溶液煮沸2分钟后，以冰醋酸中和之并多加1毫升，然后稀释至60毫升，加1毫升黄血盐(10%)，其混浊度20分钟内不得深于标准。

标准是同体积内含1.5克氯化铵，0.06毫克锌，1毫升冰醋酸及1毫升黄血盐。

(4) 控制磷酸根：

取样品5克(准确至0.01克)溶于50毫升水中。将所制溶液过滤，于滤液中加5毫升硝酸铵，20毫升硝酸及25毫升钼溶液。振荡溶液，于50°C下静置12~18小时。用玻璃滤坩或瓷滤坩滤出所析出的沉淀，用400毫升水和20克硝酸铵及16毫升硝酸所配成的溶液冲洗，于160°C烘干至恒重。若滤渣的重量不大于下列数值，则认为合格：分析纯样品10毫克，纯样品30毫克。

2. 操作注意事项：

(1) 在制成氯化亚铁时，需确证磷酸根合格后才能氧化成氯化高铁，否则成品的磷酸根将不合格。

(2) 如结晶含结晶水少于2.5分子时，可使熔点增高而避免了结晶易溶化的现象，因此我们控制结晶时间不要过长。

(3) 工序①控制溶液的pH值3~4，如pH值大于4，硫化锌即不出，小于3即溶解。

3. 安全操作注意事项

(1) 通氯气时，必须戴有自动氧气供应的防毒面具。

(2) 通硫化氢时，戴口罩、手套及风镜。

(3) 通氯气和硫化氢时，待操作正常后，操作者应远离工作地点，以防中毒。但应注意检查。

(4) 使用酸时，按三酸安全使用规程操作。

(5) 使用炉火时，按炉火安全使用规程操作。

氯化高铁

书号：(内)212

定价：0.03元

化学工业出版社(北京安定门外和平北路)出版

北京市书刊出版业营业许可证出字第092号

化学工业出版社印刷厂印刷 内部发行

1959年10月第1版

1969年8月第1版第2次印刷

开本：787×1092^{1/32} 字数：6千字印张： $\frac{8}{32}$

印数：2001—5000
