

HUAXUE SHIJI SHENGCHAN
JISHU ZILIAO

化学试剂生产技术资料

化学工业出版社

化学试剂生产技术资料

134

上海市化学原料工业公司 編
(内部資料·注意保存)

化学工业出版社

冰醋酸 CH_3COOH

一、产品名称、性質、用途及規格

1. 产品性質及用途

产品名称：冰醋酸

分子式： CH_3COOH 分子量：60.05

产品一般性質：有刺激性和腐蝕性的无色液体。沸点 118.2°C 。熔点 16.6°C 。能与水、酒精、醚及苯相混合。凝固时体积膨胀以致能使容器破裂。无水醋酸易着火，闪点 40°C 。

用途：在分析中广泛地用以进行中和及酸化。用作多种有机化合物的溶剂(如测定分子量)。用以制备缓冲溶液。在许多合成中用作反应物或介质，如用于乙酰化等。

2. 产品規格

最低含量：Ⅰ級——98%；

Ⅱ級——98%。

最高不純物含量，%

測定項目	II 級	III 級
不揮發物	0,005	0,005
硫酸鹽	0,0005	0,0005
氯化物	0,0004	0,0004
硫化氫組重金屬	0,0005	0,0005
鐵	0,0005	0,0005
高錳酸鉀還原物	30分鐘不褪色	15分鐘不褪色
稀釋試驗	30分鐘不褪色	15分鐘不褪色

二、原料規格

原料名稱	控制項目	檢驗方法	備 注
冰醋酸	① 含量：大於98% ② 甲酸含量不大於1% ③ 乙醇含量不大於0.15% ④ 鐵含量不大於0.002% ⑤ 不揮發物含量不大於0.01%	依工業品規格檢驗（或簡單測定冰點在13.8℃以上。）	全面分析
重鉻酸鈉	含量不小於95%	依工業用規格檢驗	

三、製造理論及操作過程

1. 理論 本品係由工業用冰醋酸經重鉻酸鈉處理而得。

2. 操作過程

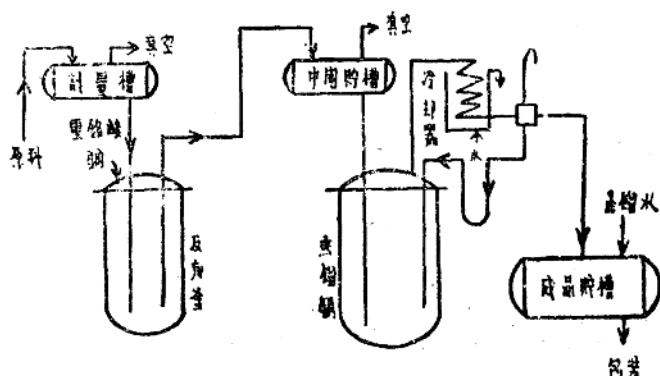
(1) 操作工序：

(a) 反應：380公斤醋酸打入計量槽，然後放入反應釜攪拌。用蒸汽加熱至 60°C 時停止加熱。慢慢地加入13公斤重鉻酸鈉，分5次加完（先加3公斤；過1小時後加2公斤；以後每隔半小時加3公斤，共二次；最後再加2公斤）。加畢後，反應溫度不得超過95°C。如溫度上升極快，是反應過激所致，應放緩加重鉻酸鈉時間。繼續攪拌一小時，冷卻，停止攪拌。用真空泵將料抽入中間

貯槽。

(b) 蒸餾：將中間貯槽內粗製品放入蒸餾鍋。加熱，回流2小時，控制回流溫度為 133°C 。回流完畢，即進行蒸餾，在2小時內蒸去最先出來的餾份。當用冰點控制已在 12°C 以上時方可出成品，約2小時便可把成品出完。分析冰點不得低於 14°C ，和高錳酸鉀試驗應該合格。

(c) 流程：



(2) 母液處理工序：

(a) 開始蒸出的餾份可重新加重鉻酸鈉處理。因其濃度較低，可用蒸餾水稀釋成36%或45%的食用醋酸。

(b) 反應釜或蒸餾鍋放出的重鉻酸鈉殘液可用純鹼回收成碳酸鉻或其它鉻化合物。

四、注意事項

1. 分析控制

工序	控制项目	控制次数	检 验 方 法
(c)	原料或成品冰点	每批	取样品5毫升, 放于直径约2厘米长约15厘米的试管中, 将一支50℃温度计浸入试管内的被试液中。试管插入盐水内, 使液体冷却, 同时用温度计不断搅拌, 但应防止与试管的底及壁接触, 注意其最初结晶的出现。当醋酸凝固时, 温度显著地上升, 到达一定的温度, 并于该点停留一段时间。此温度读准至0.1℃, 即为该液体所含醋酸的凝固温度, 或称冰点。
(c)	高锰酸钾试验	每批	取本品2克放于烧杯中, 加蒸馏水10毫升, 0.1 N KMnO_4 溶液0.1毫升, 经30分钟后不褪色者为Ⅱ级品; 经15分钟后不褪色者为Ⅲ级品。

2. 安全注意事项

(1) 原料放入反应釜后, 应缓缓进行加热, 并不断搅拌。

(2) 重铬酸钠不要加得过快或过多, 应不断搅拌, 以防氧化剧烈发生溢出或爆炸与火警事故。

(3) 工作时应戴口罩, 手勿接触醋酸, 必要时应戴橡皮手套与围裙。

冰 醋 酸

书号(内)250

定价: 0.02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11月第1版

1969年7月第1版第1次印刷

开本: 787×1092·1/32 字数: 2千字

印张: $\frac{4}{32}$

印数: 2,001—3,500