

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

PDF

HUAXUE SHIJI SHENGCHAN JISHU ZILIAO

化学试剂生产技术资料

46

北京化工厂 編

(内部資料·注意保存)

化学工业出版社

硫酸銨 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$

一、产品名称、性質、用途及規格

1. 产品性狀及用途:

产品名称: 硫酸銨

分子式: $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 分子量: 132.15

产品一般性質: 无色单斜晶体。比重 1.769。在 100°C 时开始分解。易溶于水, 在 0°C 时每 100 毫升水溶解 70.6 克, 20°C 时每 100 毫升水溶解 76 克, 100°C 时每 100 毫升水溶解 103.8 克; 不溶于乙醇。

用途: 分析試剂; 冷剂, 肥料等。

2. 产品規格:

最低含量: NH_3 含量不得小于 2.5 %, 水溶液反应須通过試驗合格。

最高不純物含量: %

測定項目	保證試劑	分析純	純
水不溶物	0.002	0.005	0.01
不揮發物	0.005	0.02	0.06
磷酸盐(PO_4)	0.0005	0.001	0.002
氯化物(Cl)	0.0005	0.001	0.002
硫氰酸盐(CNS)	0.005	0.01	0.02
硫化氫組重金屬(Pb)	0.0005	0.001	0.002
鉄(Fe)	0.0002	0.0005	0.001
砷(As)	0.0002	0.0005	0.001
硝酸盐(NO_3)	0.001	0.002	0.005

依据資料：FOCT 3769-47。

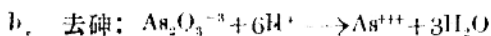
二、原料規格

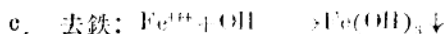
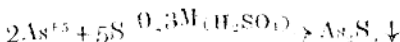
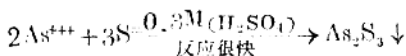
原料品名	控制項目	備注
硫酸銨	1. 重金屬：30×0.002% 2. 磷酸根：0.0005% 3. 灼燒殘渣：0.06% 4. 氯根：2×0.002% 5. 硫氰酸根：0.005% 6. 硝酸根：0.001% 7. 鉄：54×0.001% 8. 砷：600×0.0002%	大于80倍仍能处理合格。 { 除重金屬、鉄、水不溶物等杂质以外，即砷、金銀及铂主金屬，不得超过前面数值。 大于600倍的能处理合格。

三、制造理論及操作方法

1. 理論：

利用重結晶法將硫酸銨原料中的水不溶物、鉄、重金屬、砷等杂质去掉。





2. 操作过程:

(1) 操过工序:

a) 溶解: 将硫酸铵 100 公斤原料放入溶解缸中, 然后用皮管引入蒸馏水 150 公斤, 通蒸汽加热溶解, 待温度上升至 50°C 左右时开始人工搅拌, 直到全部溶解为止。一般溶解时间为 30 分钟左右。

b) 去重金属: 溶解好的溶液冷至 50°C 时, 可根据原料内所含重金属鉄、砷的多少, 加入适量硫化铵溶液 (一般原料加 400~600 毫升), 加后搅拌均匀, 静置 2~3 小时, 使重金属的硫化物沉淀好 (此时做中间控制, 在清亮溶液中加入少许硫化铵溶液, 看是否有黑色沉淀析出), 待不发生沉淀时可进行吸滤, 把沉淀好的溶液用过滤棒过滤出。

c) 去砷: 在上述所得溶液中加入硫酸, 调节 pH 值至 2, 生成硫化砷沉淀, 再用力搅拌, 使反应完全 (约需 40 分钟), 加入活性炭约 100 克, 溶液中去砷合格后就可以压滤。滤液要求澄清。

d) 去鉄: 将溶液放入另一缸内即可用蒸汽加压搅拌, 使溶液中硫化氢赶掉。温度达 70°C 左右即停止加热, 稍冷却后加入氨水, 并搅拌均匀, 调节 pH 值至 9, 加入活性炭约 100 克, 即可压滤, 溶液要求无色透明。

e) 蒸发: 将滤好的溶液立即蒸浓结晶, 即为成品。

(2) 母液处理方法: 母液经过去除重金属、砷和鉄以后再蒸发, 仍得同样成品。操作方法同前。

(3) 干燥及包装工序:

(a) 干燥温度: 最高不得超过 280°C , 一般以 100°C 左右为宜。

(b) 干燥使用工具: 不銹鋼盤、不銹鋼勺、烘箱。

(c) 干燥操作方法: 每批干燥, 用不銹鋼勺翻打两次。干燥时在烘箱中放盘或取盘要按顺序, 放盘由上往下放; 烘干以后, 由下往上取, 以保证污物不掉入盘中。

操作者戴綫手套, 以免烫伤。

(d) 包装: 先把木箱和紙袋放在磅秤上秤准重量, 再把干燥好的硫酸銨称量50公斤放入, 然后在硫酸銨的上面盖上一张油光紙, 再把紙袋盖严, 并在紙袋上面放一张牛皮紙, 盖好木箱。

如发现木箱及紙袋有破损, 应重换一个。

四、注意事項

1. 分析控制:

(1) 重金属: 取100毫升过滤好的清亮溶液, 加少量硫化銨溶液, 不应混浊或有黑色、綠色的沉淀。

(2) 砷: 先用試紙測定pH值是否为2, 再按ГОСТ 3769作砷檢驗; 如不合格, 加入适量硫化銨, 再調至pH 2(用硫酸)。于100毫升的广口瓶中放2克样品(称准至0.01克), 先加30毫升硫酸, 再加20毫升水, 3滴二氯化錫溶液及5克鋅。溴化汞紙片經此溶液作用2小时后, 与另一同样溴化汞紙片在相同条件下經标准溶液(同容积内含有30毫升硫酸, 5克鋅, 3滴二氯化錫溶液, 及下列之As含量: 保証試剂……0.04毫克As; 分析純……0.01毫克As; 純……0.02毫克As)作用后所呈現的顏色分別比較, 前者顏色不深于后者, 則認為符合标准。

2. 不正常現象及处理方法:

(1) 鉄罐内压出溶液呈黃色, 原因是有 Fe^{++} 存在, 須加50~

100毫升双氧水加热，并加活性炭重新过滤。

(2) 若碱性不合格，则加氨水，调至pH 9。

(3) 原料所含氯根大时，可在母液中加氧化银除去。甩干的结晶可用蒸馏水冲洗。

3. 安全操作注意事项：

(1) 使用硫化铵时应尽量避免吸入肺部，如硫化铵气味很浓，感觉不舒服时，可将室内门窗打开或到外面呼吸新鲜空气。操作时戴手套、眼镜。

(2) 加硫酸和氨水时应戴手套和眼镜。

(3) 开加压截门时应注意压力，压力最高不得超过15磅。蒸发时蒸汽压力为3~3.5公斤。

(4) 使用离心机时遵守该使用规程，可每班加润滑油一次。

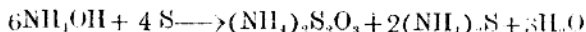
(5) 开各种电门时，应用干手开关，并按用电操作规程办理。

附“硫化铵操作规程”

一、分子式： $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ 分子量：68.15

二、规格：工业

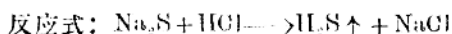
三、产品物性：硫化铵水溶液是无色液体，呈碱性反应，并有氨味及硫化氢味。甚至在剧冷条件下亦不析出固体硫化铵结晶。溶液与空气接触很快变黄，形成硫化物及硫代硫酸盐。其原因系硫化氢氧化成水和硫，而硫溶于硫化铵，则生成黄色的多硫化铵；硫代硫酸盐的形成显然是硫和氢氧化铵作用的结果：



四、操作工序：

(1) 准备工作：先把所用的仪器，如洗瓶、硫化氢发生器（可用粗盐酸罐）、虹吸管等洗净和烘干。并把工业硫化钠、工业氨水（比重0.90）准备妥当。

(2) 合成硫化銨：把工業硫化鈉碾成小塊，放入硫化氫發生器中，一端與盛鹽酸的罈子連接好（用虹吸管連），另一端與洗瓶連接好（塞緊塞子，不使漏氣），再放入鹽酸，使之與硫化鈉作用生成硫化氫氣體，經過蒸餾水洗滌後再通入氨水中，使之成為硫化銨成品（氨水裝入量不能超過原瓶容積的 $\frac{2}{3}$ ，以免通至過飽和時溢出）。



五、安全注意事項：

(1) 碾碎硫化銨時必須戴眼鏡、膠皮手套、口罩，並穿膠鞋，以避免腐蝕。

(2) 通硫化氫時，各連接處，如塞子、兩個玻璃管接頭處等都必须嚴密。

(3) 必須在室外空氣流通處操作，不准在室內操作。

(4) 操作時，要隨時注意鹽酸的流入量，不可太快，以免硫化氫氣體反應過多而崩塞。

(5) 所用氨水瓶必須用麻袋等遮蓋住。

(6) 戴防毒口罩，避免硫化氫氣體吸入中毒。

硫 酸 銨

書號：(內)155

定價：0.03元

化學工業出版社(北京安定門外和平北路)出版

北京市書刊出版業營業許可證出字第092號

化學工業出版社印刷廠印刷 內部發行

1959年第1版

1960年3月第1版第2次印刷

開本：787×1092 $\frac{1}{32}$ 字數：4千字

印張： $\frac{6}{32}$

印數：2001—5000