

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



北京化工厂 編

(内部資料·注意保存)

化学工业出版社

碘 酸 鉀 KIO_3

一、产品名称·性質·用途及規格

1. 产品性狀及用途

产品名称：碘酸鉀

分子式： KIO_3 分子量：214.02

产品一般性質：白色无臭結晶粉末。比重3.9。560°C 熔融(同时部分分解)。溶于水，不溶于乙醇。

用途：容量分析中用作氧化剂。

2. 产品規格

最低含量：保証試剂、分析純 99.8%

純 99.5%

最高不純物含量：%

測 定 項 目	保 証 試 劑	分 析 純	純
水不溶物	0.002	0.005	0.01
碘化物 (I)	0.001	0.002	0.005
硫酸盐 (SO ₄)	0.005	0.01	0.02
硫化氢組重金属 (Pb)	0.0005	0.001	0.002
鉄 (Fe)	0.0002	0.0005	0.001
氯化物及氯酸盐	0.005	0.02	0.05

依据資料: ГОСТ 4202—48。

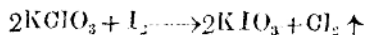
二、原料規格

原 料 名 称	規 格
氯酸钾 (三級)	为无色有光泽的結晶或白色粉末, 遇硫酸能爆炸, 与有机还原性物質或其他还原性物質 (如硫黃等) 混合研磨, 亦可爆炸或剧烈燃燒。儲存时亦应避免还原性物質。
碘片 (藥典規格)	有金属光泽的顆粒或片状結晶, 能升华。稍溶于水, 易溶于乙醇、三氯甲烷等有机溶剂中, 有弱蝕性。
硝酸 (二級或三級比重1.42)	无色或微黃色液体, 系强氧化剂, 腐蝕性强。比重: 1.42。
氢氧化鉀 (三級或藥典規格)	白色棒状固体或顆粒, 具强碱性及强腐蝕性。

三、制造理論及操作过程

1. 理論

① 碘酸钾的生成: 由氯酸钾和碘的氧化还原反应生成。



② 洗滌: 通过洗滌, 洗去一部分氯酸盐及氯化物等不純物。

③ 溶解、过滤：将粗品溶解，滤去不溶物及单体碘片（防止碘片在中和时溶解在氢氧化钾中而增加碘化物）。

④ 中和：用氢氧化钾中和滤液中的游离酸（碘酸）。

⑤ 蒸浓结晶。

⑥ 再结晶。

〔注〕：按方程式计算，每公斤碘酸钾需氯酸钾 0.57 公斤，碘 0.59 公斤。

2. 操作过程

（1）操作工序：

① 碘酸钾的生成：将氯酸钾 10 公斤及碘片 10.5 公斤同放于磁缸中，搅拌并加蒸馏水 10 升，再徐徐加入比重 1.42 硝酸 200 毫升，然后间歇搅拌，以促进反应完全；待有大量气体发生时，表示反应完了，再搅拌一会，以促进氯气的逸出，然后放冷。

预先准备蒸馏水约 10 升，当反应太激烈时分次注入。当冬天温度低时，氯酸钾、碘片、硝酸三者混合搅拌不发生气体，可通蒸汽少许加热，至开始发生气体时（即开始反应时），立即停止加热。

② 最初粗品的洗涤：取上一工序所析出的碘酸钾粗品，放于附有滤瓶的布氏漏斗中（铺两层滤纸），用蒸馏水约 10 升，分 3～4 次冲洗。

③ 最初粗品的溶解、过滤：将冲洗后的粗品放于搪瓷桶中，用热蒸馏水溶解成将近饱和的溶液，然后以预先用温水及热水冲过的吸滤瓶及布氏漏斗抽滤，滤液倒入搪瓷桶中；如果过滤的溶液，因温度降低而在滤纸上析出结晶时，可用热水洗去。

④ 滤液的中和：将已滤好的溶液放在搪瓷桶中，用氢氧化钾溶液中和，至红石蕊纸恰巧变蓝时为止。同时进行中间分析控制。中和时若析出结晶，必须加热溶解。

⑤ 蒸浓结晶：用蒸发锅蒸发中和好的溶液，至开始析出结晶为止，将溶液倒入结晶器皿中，当冷至室温时，将结晶控干。

⑥ 再结晶：将上述结晶加水放入蒸发锅中加热溶解（每 5 公

斤結晶加水10升)，用溫水及熱水沖過的吸濾瓶及布氏漏斗（放五層濾紙）抽濾，仔細查看濾液是否透明及濾紙毛是否不多，然後倒入另一蒸發鍋中，蒸發至開始出結晶，再倒入結晶皿中冷至室溫，取出結晶甩干即可。

（2）母液處理方法：

第⑤⑥工序的母液可合併於蒸發鍋中蒸濃，結晶、再結晶，而得成品。若不合格可再結晶或另行處理。

（3）干燥、包裝工序：

① 干燥溫度：80°C以下。

② 干燥使用工具：搪瓷盤，不銹鋼盤，磁勺。

③ 包裝規格：用棕色磨口瓶，每瓶分裝 250克。存放陰暗地方，不可曝曬。

四、注意事項

1. 分析控制

（1）中和時溶液酸鹼性的控制。

（2）成品檢驗：

① 不溶物：取樣品 20 克加300毫升熱水，水浴加熱 1 小時，不溶物不超過 1 毫克。

② 酸鹼性：加 3 克樣品於40毫升新煮過的溫水中溶解，加 3 滴酚酞，不得呈淡紅色（和蒸餾水比較），加0.05毫升0.1N 氫氧化鈉應為淡紅色。

③ 氯酸根：于烘干的試管中加 2 克甩干的樣品，加 2 毫升濃硫酸，用玻璃棒攪勻，應當沒有氯氣味，更不得發生汽泡或變黃。

2. 安全注意事項

（1）進行碘片和氯酸鉀的氧化還原反應時，必須戴防毒面具、橡膠手套，穿膠皮圍裙，同時在毒氣櫥中反應。

（2）操作工序②③④時，須戴橡膠手套及眼鏡，其他操作均

戴綫手套，穿胶皮围裙。

(3) 中和时，用玻璃棒搅动，用力要均衡，防止撞破搪瓷桶而伤人。

(4) 遵守炉火使用制度及一切設備的使用規程。

(5) 氯酸鉀不得与浓硫酸接触，否則爆炸。也不得触及有机物质或无机还原性物质(如硫黃、磷等)，防止着火或爆炸。

(6) 搬运氯酸鉀时，避免猛烈撞击，因撞击时内部发热，可能引起氯酸鉀的激烈分解而爆炸，应輕拿輕放。

碘 酸 鉀

书号：(内)201

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：787×1092·¹/₃₂ 字数：3千字

印张：6/₃₂

印数：2001—500
