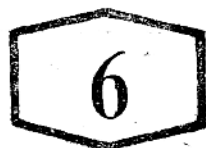


# 化学试剂生产技术资料

北京化工厂 編

HUAXUE SHIJI SHENGCHAN JISHU ZILIAO

# 化学试剂生产技术资料

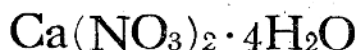


北京化工厂 編

化学工业出版社

(内部資料·注意保存)

## 硝酸鈣



### 一、产品名称·性質·用途及規格

#### 1. 产品性狀及用途:

产品名称: 硝酸鈣 分子式:  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

产品一般性質: 无色結晶。易潮解。溶于水、乙醇中。

用途: 分析試剂, 火药等。

#### 2. 产品規格:

最低含量: 按  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  計, 不得小于 99%

最高不純物含量: %

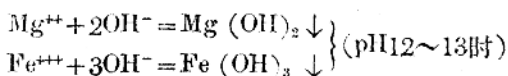
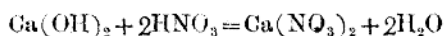
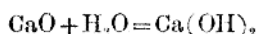
| 測定項目                  | 分析純   | 純    | 測定項目             | 分析純    | 純      |
|-----------------------|-------|------|------------------|--------|--------|
| 酸度                    | 合格    | 合格   | 鉄(Fe)            | 0.0002 | 0.0005 |
| 水不溶物                  | 0.005 | 0.01 | 砷化銻組重金<br>屬(Pb)  | 0.0005 | 0.001  |
| 氯化物(Cl)               | 0.005 | 0.01 | 銻与碱金屬<br>(以硫酸盐計) | 0.2    | 0.4    |
| 硫酸盐(SO <sub>4</sub> ) | 0.02  | 0.03 |                  |        |        |

## 二、原料規格

| 原料名称 | 控制規格  | 备注     |
|------|-------|--------|
| 石灰   | 外形：块状 | 粉末状不合格 |
| 硝酸   | 分析純   |        |

## 三、制造理論及操作过程

1. 理論：先将石灰进行消化并洗滌，以洗去可溶性杂质，如碱金属、氯化物等，然后于洗好的石灰中加入硝酸中和之，同时去除鎂、鉄等杂质，再經过滤、中和及結晶等手續，即可制得成品。



### 2. 操作过程：

#### (1) 操作工序：

(a) 消化及洗滌：于蒸餾水洗好的大缸中放石灰块50公斤，慢慢加入蒸餾水，使消化成糊状物；經常搅拌，待消化完全后，再加水至将近滿缸。充分搅拌使  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  悬浮，迅速将悬浮液(石灰乳)平均分放于另外两个洗好的缸中(缸底渣子为未烧好的碳酸鈣或其他石块，可弃去)。将缸中石灰乳加水至近滿缸，通蒸汽煮沸并搅拌，然后待  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  沉底后，虹吸出洗液(弃去)；如此操作共洗四次。

(b) 中和及去鎂、鉄等杂质：于洗好之石灰乳中加水40公斤，并用虹吸管将硝酸徐徐加入(或将小瓶装硝酸分瓶慢慢注入)，随时搅拌，至恰呈酸性为止(見中間控制方法)。每缸石灰乳約需比重

1.42 的硝酸 75 公斤。再另取洗好的石灰乳加在中和好的溶液中，随加随搅拌，至  $\text{pH}=12\sim13$  为止。将溶液通蒸汽至沸，加水稀释至比重  $1.12\sim1.2$ ，再煮沸约 5 分钟，再检查一次  $\text{pH}$  值；如不是  $12\sim13$ ，应再加入石灰乳调节之。将缸用油光纸密封，静置三昼夜。

(c) 过滤及中和过量碱性：静置过的上面澄清溶液，用铺有 3~5 层滤纸及一层布的滤架过滤，滤液必须澄清透明。缸下面的沉淀用布袋子控干后弃之。控出之溶液用同法过滤后与滤液合并，滤液用少量硝酸中和之。

(d) 蒸发及调整酸度：上面溶液移至洗好的蒸发锅中蒸发至比重为  $1.55\sim1.56$  时检查酸碱性；若酸性强，用滤过的蒸馏水将溶液冲稀再蒸发，以赶掉硝酸，如果碱性强可加入硝酸少许调整之，至酸度合格为止。

(e) 结晶：酸度合格的浓溶液用滤架过滤（滤架上铺玻璃布及四层滤纸），滤液收集在不锈钢桶中；天热时外边用冰及水冷却，天冷时可自然冷却结晶。结晶用不锈钢棒打碎，用离心机脱水。母液过滤后，按上述工序处理为成品或次品。

## (2) 干燥、包装工序：

结晶成品极易吸潮，在脱水后应立即装入玻璃磨口瓶中。

# 四、注意事 项

## 1. 分析控制：

(1) 加硝酸中和至酸性时，可用石蕊纸试溶液，变红即可。

(2) 加石灰乳至  $\text{pH}=12\sim13$ ，应用万能  $\text{pH}$  试纸检查溶液，并与标准色板比较。

(3) 用硝酸中和滤液时，可用石蕊纸试溶液，变红即可。

(4) 酸度（每蒸发锅一次）：取 8 毫升蒸浓了的溶液，加 12 毫升水，2 滴 0.1% 甲基橙，不应呈现黄色，应呈淡红色（接近橙色）。加入  $1N \text{Na}_2\text{CO}_3$  溶液 1~5 滴，红色应变为黄色（蒸浓液控制

在3滴以上)。

(5) 氯根(成品): 从每结晶缸中取2克样品, 加10毫升水, 1毫升比重1.15硝酸, 溶解并摇匀后, 加1毫升硝酸银; 同时制备标准液(0.1毫克 $\text{Cl}^-$ 冲稀至10毫升, 加1毫升硝酸及1毫升硝酸银)。二者均静置20分钟, 然后比色, 样品不得比标准液混浊度大。

(6) 静置去镁前必须再检查pH值, 保证在12~13之间。

## 2. 不正常现象及操作注意事项:

(1) 蒸发时溶液变混, 由于 $\text{CaSO}_4$ 析出, 或滤液中混入了 $\text{Fe}^{+++}$ (或 $\text{Fe}^{++}$ ), 呈 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 水解析出。可再用滤架滤清再蒸发。(如溶液过浓不易过滤, 可加适量水冲稀至恰能过滤即可, 但不可过于冲稀, 否则 $\text{CaSO}_4$ 又溶解了。)

(2) 用酸调整酸度时, 必须充分搅拌, 防止溶液不均而使成品不合格。搅拌时用不锈钢棒, 勿用玻璃棒, 防止混入玻璃渣。

## 3. 安全注意事项:

(1) 搬运石灰时戴线手套及口罩。

(2) 消化、洗涤、中和及蒸发, 均穿胶皮围裙、戴眼镜进行操作, 消化时并戴口罩。

(3) 在全部操作中戴橡胶手套(使用硝酸中和及取结晶时)或线手套(其他操作)及眼镜。

(4) 遵守蒸汽、蒸发锅及离心机使用规程。

(5) 避免浓硝酸与可燃物(如木头、有机物等)接触, 以防着火。

### 硝 酸 钙

书号: (内) 109

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书出字第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4月第1版 第2次印刷

开本:  $787 \times 1092 \cdot \frac{1}{32}$  字数: 3千字

印张:  $\frac{4}{32}$  印数: 3,001—5,000