

HUAXUE SHIJI SHENGCHAN JISHU ZILIAO

42-71

化学试剂生产技术资料

北京化工厂 编

(内部资料·注意保存)

六/144

化学工业出版社

HUAXUE SHIJI SHENGCHAN JISHU ZILIAO

化学试剂生产技术資料

45

北京化工厂 编

(内部资料·注意保存)

化学工业出版社

檸檬酸銨 $(\text{NH}_4)_2\text{HC}_6\text{H}_5\text{O}_7$

一、产品名称、性质、用途及规格

1. 产品性状及用途：

产品名称：檸檬酸銨

分子式： $(\text{NH}_4)_2\text{HC}_6\text{H}_5\text{O}_7$ 分子量：226.19

产品一般性质：白色小结晶。易溶于水，微溶于酒精；呈酸性反应。

用途：定肥料中磷酸根，医药等。

2. 产品规格：

最低含量：分析純～98.5%；純～98%

最高不純物含量：%

測定項目	分析純	純
水不溶物	0.005	0.01
氯化物	0.003	0.005
硫酸盐	0.005	0.01
鐵	0.001	0.002
硫化氫組重金屬	0.0005	0.001
鈣	0.01	0.02
磷酸盐	0.002	0.005
灼燒殘渣	0.03	0.06

依据資料：ГОСТ 3653--51。

二、原料規格

原 料 品 名	控 制 項 目
檸檬酸	$\text{SO}_4^{2-} \times 3 \sim 4$, $\text{PO}_4^{3-} \times 4$, Ca^{++} 合格外, 其他性質應符合苏联三級檸檬酸規格。
液 氮 (工业品)	

三、制造理論及操作過程

1. 理論：

在 $28\text{Be}'$ (40°C) 的濃檸檬酸溶液中通入氮氣，于 pH 約 5 左右時即可析出檸檬酸銨結晶。反應式如下：



理論產量：每 105 公斤檸檬酸用氮氣 17.03 公斤，出成品 113.1 公斤。

2. 操作過程：

(1) 操作工序：

a. 溶解過濾檸檬酸：取工业檸檬酸 50 公斤放于大土缸中，加

水35公斤，用蒸气加热、溶解，用滤架（一层纸、二层布及少量用硝酸及水洗过的活性炭）滤清。

b. 蒸浓樟檬酸：将滤清的樟檬酸溶液放于烧瓶中，减压蒸发到 $28^{\circ}\text{Be}'$ 时放于小土缸中（注意不使灰砂进入，因此后不再过滤）。

c. 通氮：将上述溶液（外边用水冷却）通入氨气，使温度保持 50°C 左右，直通到生成结晶。取少量结晶甩干，于 60°C 干燥后做中间控制分析。

d. 甩干结晶：将结晶放离心机上甩干，并用少量水冲洗一次，以除去黄色及游离氨。

（2）母液处理方法：

将母液减压蒸发，蒸去 $\frac{1}{2}$ 后放置结晶；若结晶带棕色，可用冷水冲洗到微黄色再溶解过滤。并按前述方法通氮出成品（为三级品或四级品）。

（3）干燥及包装工序：

a. 干燥温度： 40°C 以下。

b. 干燥使用工具：玻璃盘或搪磁盘，磁勺。（勿用不锈钢盘，因产品对不锈钢有腐蚀性）

c. 干燥操作方法：将产品放置盘中，约2公分厚，于 $50\sim 60^{\circ}\text{C}$ 烘箱中干燥，时常搅拌，干至不沾匀为止。将干燥好的产品倒入干燥而清洁的大缸中封好。注意温度不要过高，以免产品分解。用搪磁盘时，不要在产品中混入搪磁片。

d. 中间检验：取20克样品溶于100毫升热水中，在水浴上加热1小时，不得混浊。二级品的不溶物不大于1毫克。

e. 包装：用500或650毫升螺丝大口玻璃瓶，加电木盖（内衬纸垫或呢龙垫），套胶套。

防止灰尘落入。操作者戴口罩。

四、注意事項

1. 分析控制：

取通好氮气的结晶在离心机上甩干，于60°C干燥后按下法进行分析：

取样品0.5毫克（准确到0.01毫克）溶于50毫升煮沸又放冷的蒸馏水中，加入20毫克pH8~9的甲醛，以酚酞为指示剂加入标准NaOH溶液（1N左右）滴定，到显微粉色为止。成分按下式计算：

$$\frac{7.54 \times \text{毫升} \times N}{0.5} = \% \quad \dots$$

如果用1N NaOH滴定时，用6.6毫克较为合适，若所用NaOH超过此量，则NH₃量不够，仍须再通入NH₃。

2. 安全注意事项：

(1) 通氨时要特别注意不使氨气直吹鼻孔，以免晕倒。在通氨时必须按装洗气瓶；不通氨时，接氨罐的皮管应取下，以免洗液进入氨罐中。

(2) 操作中应随时检查通氨管口是否被结晶堵塞，以免氨管爆裂。

(3) 使用气包、离心机、蒸发锅时，遵守安全规定。

柠檬酸铍

书号：(内)154

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登记证字第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3月第1版第2次印刷

开本：787×1092·1/32 字数：2千字

印张： $\frac{4}{32}$

印数：2001—5000