

HUAXUE SHIJI SHENGCHAN JISHU ZILIAO

化学试剂生产技术资料

化学工业出版社

HUAXUE SHIJI SHENGCHAN JISHU ZILIAO

化学试剂生产技术资料

17

北京化工厂 編

(内部資料·注意保存)

化学工业出版社

重 鉻 酸 鉀 $K_2Cr_2O_7$

一、产品名称、性質、用途及規格

1. 产品性狀及用途:

产品名称: 重鉻酸鉀

分子式: $K_2Cr_2O_7$ 分子量: 294.21

产品一般性質: 橘紅色結晶, 比重2.69。在 $500^{\circ}C$ 时分解。能溶于水 ($0^{\circ}C$ 每 100 毫升水溶解 4.9 克, $100^{\circ}C$ 每 100 毫升水溶解 102 克), 不溶于酒精。

用途: 分析試剂, 制革, 火柴, 氧化剂等。

2. 产品規格:

最低含量: 99.89%

最高不純物含量: %

测 定 项 目	保 証 試 剂	分 析 純	純
水不溶物	0.001	0.003	0.01
氯化物(Cl)	0.002	0.005	0.01
硫酸盐(SO ₄)	0.01	0.025	0.05
被沉淀物質(Al, Fe, Cr等)	0.002	0.01	0.025
钙(Ca)	0.005	0.01	0.02

二、原 料 規 格

原料品名	控 制 項 目	檢 驗 方 法	備 注
重鉻酸鉀	氯根(不得超过 10×0.002) 硫酸根(不得超过 4×0.01) 水不溶物(不得超过 6×0.001)	按ГОСТ4220—48 方法	

三、制造理論及操作过程

1. 理論:

利用重結晶方法將工業品中的雜質除去。

- (1) 准备工序
- (2) 溶解原料
- (3) 過濾溶液
- (4) 結晶
- (5) 成品处理

2. 操作过程:

- (1) 操作工序:
- (a) 准备工序:

所用設備應洗滌清潔，必要时可用硝酸洗滌，最后用蒸餾水冲

淨。

(b) 溶解原料：

將粗原料重鉻酸鉀放在土缸中，加入約同量的蒸餾水（每缸可加入重鉻酸鉀150公斤，蒸餾水120公斤），然後通蒸汽至沸，溶液比重達1.26時為溶解完畢（溶液溫度 100°C ）。

“注”如原料中鋁含量大而影響溶解度時，須在溶解後保溫半小時至1小時左右。如原料硫酸根與氯根過大時，須先把原料用蒸餾水浸泡7~10小時（加水量以把結晶浸沒為度），甩干後，再溶解。

(c) 過濾溶液：

溶解後之溶液，乘熱過濾，並保證濾液澄清透明。

(d) 結晶：

將濾清液放在結晶器中冷卻至 $20\sim 30^{\circ}\text{C}$ 左右停車；如母液比重在1.10以下，即可將結晶卸出。

(e) 成品處理：所得之結晶，先做第一項及第二項中間分析控制，合格後，將結晶用離心機甩干，如氯根大0.5倍時，可在甩干時用少量蒸餾水沖洗之，即為成品。

(2) 母液處理工序：

母液處理方法隨原料及成品情況而定：

(a) 原料的氯根超過6倍，硫酸根超過5倍時，將母液蒸干供其他產品使用。

(b) 原料的氯根在6倍以下，硫酸根在5倍以下時，蒸干後，經過浸泡，仍可重結晶為成品。

(c) 原料鋁大，氯根、硫酸根不大時，可循環使用，但須注意原料溶解後的保溫時間及效果。

(3) 干燥、包裝工序：

(a) 干燥溫度： $80\sim 90^{\circ}\text{C}$ 。

(b) 干燥使用工具：搪瓷盤（或不銹鋼盤）、瓷勺（或不銹鋼勺）、烘箱。

(c) 干燥操作方法: 先将所用干燥箱、搪瓷盘、瓷勺等洗净并烘干。每盘所放产品厚度在 2 公分左右, 然后放入烘箱中; 干燥时经常搅拌, 并将大块结晶压碎, 至不沾勺即可。

防止与有机物或还原性物质接触; 防止灰尘及搪瓷片混入; 周围空气应干净, 不得有其他气体侵入。操作者戴口罩(或防尘口罩)、手套等。

(d) 包装: 用 500 或 650 毫升广口瓶, 每瓶分装 500 克, 将瓶盖紧, 涂蜡, 并套以胶套。操作者戴口罩、手套, 防止灰尘掉入产品中。周围空气应清洁, 以免影响产品质量。

四、注意事 项

1. 分析控制项目:

控 制 项 目	检 验 方 法
① 水不溶物 (每结晶器或每批一次)	取样品 50 克放入烧瓶中, 加入 450 毫升蒸馏水, 在水浴上保温 1 小时, 其不溶物不得超过下列数值: 保证试剂.....0.5 毫克 分析纯.....1.5 毫克 纯.....5 毫克
② 氯根 (每结晶器或每批一次)	取样品 1 克溶于 20 毫升水中, 加入 10 毫升比重 1.15 的硝酸, 加热到 50°C 再加 1 毫升硝酸银溶液, 经 10 分钟后, 其混浊度不应深于标准溶液所呈现的混浊度, 即为合格。 标准溶液为与试液同体积, 不含氯化物的重铬酸钾溶液 26C.C. 及下列 Cl⁻量: 保证试剂.....0.02 毫克 分析纯.....0.05 毫克 纯.....0.01 毫克 不含 Cl⁻的样品用下列方法制备: 10 克样品溶于 150 毫升水中, 于溶液中加入 100 毫升比重 1.15 的硝酸, 加热到 50°C, 再加入 10C.C. 硝酸银溶液, 静置 2~3 日, 过滤后备用。

2. 不正常現象及处理方法:

不正常現象或注意事項	原 因	处理方法或避免方法
中間控制第一項，經保温后 溶液混濁。 硫酸根及氯根大。	采第二工序保温时 間不够。	須重新溶解、保温、过滤。 經洗滌不掉时，可用滤过的 蒸餾水浸泡甩干。

3. 安全注意事項:

(1) 重鉻酸鉀为一强氧化剂，在溶解时有微粒飞揚在空气中，对鼻粘膜及呼吸器官有刺激性，吸入过多能使鼻腔流血，在操作第二工序（溶解原料）及第三工序（过滤溶液）时必须戴防毒口罩（不用活性炭，用潮湿的紗布），并在鼻孔中涂抹凡士林油。操作其他工序时要戴紗布口罩。

(2) 重鉻酸鉀对皮肤有腐蝕性，操作时要戴胶皮手套。

(3) 使用蒸汽，注意燙伤；操作热溶液时要穿胶皮围裙及胶靴。

(4) 使用离心机、蒸发鍋、結晶器及汽包时，遵守各該使用规程。

(5) 用硝酸洗滌器皿时，遵守三酸使用规程。

重鉻酸鉀

书号：(内)122

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年第1版

1960年3月第1版第2次印刷

开本：787×1092· $\frac{1}{32}$ 字数：3千字

印张： $\frac{6}{32}$ 印数：2001—5100
