

有碳酸鋇白色沉淀析出, 过滤, 干燥, 即得純品。

(5) 氯化鋇($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 无色有毒結晶, 能溶于水及醇。用稀盐酸加入硫化鋇溶液中, 并攪拌之, 此时放出大量硫化氢。然后加热除尽硫化氢, 再将液体放在水浴上加热蒸发使干, 即制得粗品, 行重結晶时即制得純的氯化鋇結晶。用作化学試剂、鞣革、顏料或毒鼠藥品。

氯化鋇亦可用氯化鈣飽和溶液加入硫化鋇溶液中, 即生成硫化鈣沉淀及氯化鋇溶液, 过滤后, 将滤液蒸发使干, 即得氯化鋇結晶。

(6) 硝酸鋇($\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$) 白色結晶, 甚毒, 能溶于水, 不溶于醇。用硝酸鈉溶液加入硫化鋇溶液中而制得。或用硝酸加入硫化鋇溶液中, 加热除尽硫化氢, 再以水浴蒸发, 即得粗制品, 然后行重結晶精制之。

(7) 醋酸鋇($\text{Ba}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) 有毒的白色結晶, 能溶于水。用 6N 醋酸加入硫化鋇溶液中, 然后蒸发使其結晶, 即得到純品醋酸鋇。可用作化学試剂, 化学藥品制造, 媒染剂等。

(8) 鉻酸鋇(BaCrO_4) 黃色結晶性粉末, 重而有毒, 不溶于水。取硫化鋇溶液加入 10% 鉻酸鈉或鉻酸鉀溶液, 即生成沉淀, 过滤, 用水洗滌干燥之即得結晶純品。

(9) 錳酸鋇(BaMnO_4) 取硫化鋇溶液, 加入直錳酸鉀溶液, 即有沉淀析出。过滤, 将滤渣干燥就得錳酸鋇。

(10) 氰化鋇($\text{Ba}(\text{CN})_2$) 有毒之白色結晶性粉

末, 能溶于水及醇, 用氰化鈉装入小蒸馏瓶中, 作为氢氰酸发生器, 瓶上装一木塞并配滴液漏斗, 漏斗中装入盐酸。调节盐酸的滴入, 使发生氢氰酸气流, 将此气流通入硫化鋇溶液中, 即起反应。作用后的气流必須再通过碱液 (NaOH 或 $\text{Ca}(\text{OH})_2$) 吸收瓶, 将未作用的氢氰酸全部吸收, 以免中毒。然后将反应后的溶液蒸干, 即得粗制氰化鋇結晶, 行重結晶时即得到純品。

(11) 鋇鋅白 将硫化鋇溶液加入硫酸鋅溶液中, 即生成白色沉淀, 滤取沉淀, 用水洗滌并干燥之, 干后放在坩堝中加热至赤紅。趁热急投入水中, 即与水共研, 再洗滌并干燥之即得。鋇鋅白为白色粉末, 其成分为硫酸鋇、硫化鋅, 及氧化鋅。可用作油漆、顏料, 制紙, 橡胶工业, 白色印墨, 皮革用白色顏料等。

以上所述, 是我們具体試制过程, 仅供参考。关于重晶石的综合利用是新的問題, 对于还原时温度的控制, 提高硫化鋇的产量, 以及副产品的收回利用, 多硫化鋇的田間杀虫試驗等等都有待于进一步的研究解决。

附 註:

1) 除硫酸鋇外一切鋇盐都有毒, 制备时必须带上口罩, 工作后将手洗淨, 才可进餐。

2) 用硫化鋇和硫酸制多硫化鋇, 如加热温度过高, 多硫化鋇挥发出来, 很有可能中毒, 請特别注意。

3) 鋇化合物中毒时, 发生头晕、呕吐、泻肚、內泄血等现象。鋇盐的致死剂量为 0.8 克。中毒时服用稀的 MgSO_4 溶液, 可以作为急救的一种方法。



山东大学化学系硫酸純化工厂

工业浓硫酸的含量一般都在 98.5% (即比重 1.84) 以下, 含有較多的杂质, 如硒、碲、砷等等。利用分馏原理, 加入試剂, 经过蒸馏可以提高浓度与除去杂质, 从而获得化学試剂规格的浓硫酸。我厂于 1958 年 5 月开始土法純化硫酸的工作, 经过一个月时间的摸索, 得到了一些初步經驗, 今介紹于下, 供給各有关方面討論与指正。

仪 器 装 置

在純化工作中, 我們采用了图 1 的装置, 包括: 1.

蒸馏器, 用曲頸瓶或圓底燒瓶 (3500—5000 毫升)。2. 冷凝器, 用耐酸中性硬質玻璃吹成, 分二部分, 长约 3 米, 过长时会发生倒流现象。(a) 的高度不得超过 10 厘米。3. 接受器, 用平底燒瓶。4. 加热时利用煤 (无烟煤为最好) 炉子大小按蒸馏器而定。5. 其它有移液管, 玻璃毛, 用酸处理过的石棉 (可把破石棉板, 石棉布

* 本文是更正第 5 期“提純硫酸的方法”一文的錯誤而写, 前文是該系二年級學生投寄本刊的。請各有关单位注意根据本文經驗推广——編者。

捣碎用浓硫酸浸透,用水冲洗,凉干待用),比重計,鉄絲网等等。

約需 2—3 小时。

注 意 事 项

(1) 在蒸馏过程中蒸馏器可能发生跳动现象,产生跳动的原因是由于火焰不均匀,沉淀多,沸石少。如跳动剧烈则需立即停止蒸馏以免造成损失。

(2) 在蒸馏过程中如发现炉内有白烟冒出(裂口处渗出的硫酸在高温下分解出 SO_3)则表明可能是由于蒸馏器破裂所致,这时应立即停止加热,同时也不要停留在炉旁(特别要避开炉口)以防止因破裂而把极热的浓酸喷溅到身上的危险。如果发生爆炸,应立即以砂土复盖,冷却后再行处理。

用上述设备提纯硫酸虽简便,但温度不易掌握,因而容易发生事故,需要的劳动力也较多,并且所用蒸馏器价格比较贵,损坏一个就值五、六元。经过一个月左右的摸索,我厂采用了一种较为简单的办法来进行生产,这就是利用硫酸坛子代替蒸馏器进行纯化工作。坛子的容积一般为 27000 毫升,质量必须严格选择,如果在坛子口的阴螺纹里看出是质地白色的陶瓷则可,如果是土灰色的近乎陶土的则不能用,否则就有爆炸危险。坛子的壁较厚,传热慢,而且不能直接加热,因而要求炉子能烧到更高的温度。炉子结构的好坏是利用这种设备进行生产的关键问题。

图 1

配 料 和 操 作

按每 100 毫升粗硫酸加 1 克研细的重铬酸钾(化学纯)的比例配料(先将重铬酸钾溶于浓硫酸更好),加入蒸馏器中的量不得超过整个体积的 2/3,加入沸石(可以 1—3 厘米长的玻璃管代替)以避免过热现象。

根据图 1 的装置安装,冷凝管与曲颈甬接头处用玻璃毛或用水和成的石棉泥土封好,如果用圆底烧瓶则在瓶口处用调好的泥浆封好。

装置妥安后即可加热蒸馏。开始时温度不宜升得太快,约半小时后便有液体蒸出。必须注意这时冷凝管中的白烟(SO_3 形成的酸雾),在不超过 1 米长时就应冷凝下来,否则就表示温度已经过高,有冲出的危险。这时冷凝管凝集下来的液体大约每秒 1—2 滴,在接到 100 毫升以后可适当掌握温度使蒸出的硫酸成线状细流。稀酸接受量要依原料酸的浓度而定,当硫酸的浓度到达比重为 1.5 时就可以更换新的接收瓶开始接收浓硫酸。这时硫酸浓度提高的很快,在很短时间內比重就可达到 1.83—1.84。这时蒸馏器中的硫酸保持恒温 338°C 。最后,当蒸馏瓶中还剩余 200—300 毫升硫酸时就停止加热,以免蒸出杂质,降低硫酸的纯度。稍冷后取下盛有残渣的蒸馏器,放在散热较慢的物体上(如石棉布,干草等)冷却后倒出残液,将蒸馏器冲洗干净待下次再用,炉上又可装上另一蒸馏器。蒸馏一次前后

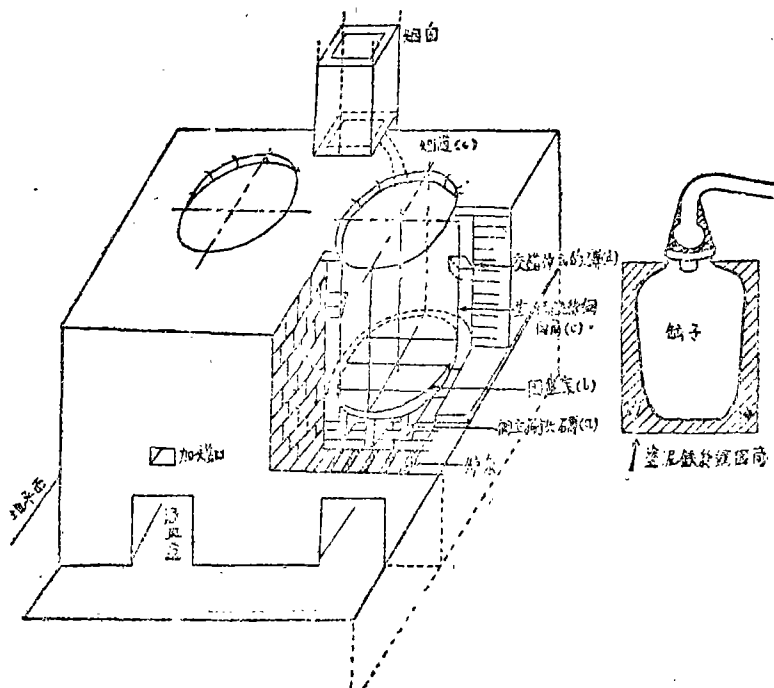


图 2

图 2 是我们所采用的炉子的结构图。

以两个炉子为例来说明炉子的结构,在实际生产时,可将多个这样的炉子连在一起,一般两个炉子一个烟囱。图 2 左边说明炉子的外形,右边是将炉膛的剖面表明其内部结构。

(1) 为了节约用砖和降低炉身露出地平面的高度,炉子的风道部分建在地下。

(2) 炉条前端稍高,和水平成 $15-20^\circ$ 角,炉条长约 40 厘米,炉膛长约 38 厘米,宽约 30 厘米,炉膛大了烧煤多,小了则温度不一定能够达到所要求的度数,其具体大小得视用煤的质量而定。炉膛壁砌上三层砖,在后方侧立三行耐火砖,如图 2 (a),中间一行伸入炉膛 8 厘米,其余二行伸入炉膛 5 厘米,在上面平铺八块砖(最好是薄的耐火砖)砌成如坛子圆底的形状,如图 2 (b)所示的圆盘底。

(3) 用铁丝网做成一圆筒,大小高度根据坛子而定,如图 2 右,上面塗有耐火泥(用头发与粘土混合物也可),要塗得均匀,越薄越好,把这种圆筒放到圆盘底上,如图 2 (c)。

(4) 在圆筒外,用砖砌成圆形并保持与圆筒有 5 厘米距离的空隙,中间交错伸出十几块炉砖以固定圆筒,如图 2 (d)。炉膛砌高到 40 厘米,在上方封闭。圆筒部分在砌第二层砖时封闭,烟道就从后上方引入烟囱,如图 2 (e)。

(5) 在操作过程中,火和热空气,一部分从圆盘底下通过后方直升到烟道,另一部分从前方和侧旁上升进入烟道,火及热空气必须通过伸出的交错的砖[图 2 (d)]而进入烟道,这样可以使整个圆筒的温度均匀。

(6) 烟囱高度从地平面算起约为 3—4 米。

燃料可用烟煤、无烟煤、或两者混合都可。因为是自然通风,最好是质量好一点的煤。

操 作 说 明

圆筒底部放一层约 2—3 厘米细沙,按照上述比例

配料配成的粗硫酸装入坛内并将坛子放入圆筒中,周围再填满细沙。坛内所盛浓硫酸的量不得超过坛子体积的三分之二。

安装冷凝器及接受程序同前所述,但在操作上有不同点,就是可以蒸干(如有烟状物冒出,但不能在整个冷凝管中冷凝下来,即使有冷凝作用,也不能成为液体,这时表明已经蒸干)。但在操作时要注意蒸干前的 1000 毫升要换新的接受瓶,接受后并需重蒸。如果不蒸干就取出坛子;则坛子易于破裂。因为与酸接触部分的坛壁冷却较慢,而其他部分冷却得快,冷热不均,故易引起破裂。蒸干后如果取出过快时坛子也会发生破裂。因此在取出坛子时要求先慢慢提出一半,稍冷再提到炉顶,待冷却后冲洗干净。洗净后如果检查内壁没有瓷釉脱落则可继续使用。掏出热沙,更换冷沙,再装入另一坛子即可再行生产。

为了减少坛子降温所需要的时间以提高效率,除了多建两个炉子更换使用的方法以外,还可把圆筒做上底,变成可以提出来的圆桶,蒸完后将圆桶抬出来,再换上另一个,这样可以不停火,坛内硫酸也不必蒸干。如此操作蒸完一坛最多需 20 小时。

根据上述办法两个人最少可以管理八个炉子,一次就可以生产 400 斤纯硫酸,因此可用于较大规模的生产。上述设备也可用于较稀硫酸及废硫酸的提纯。

从我厂的生产过程中证明,利用这种设备和方法提纯硫酸是比较经济的,困难也不大,纯硫酸的纯度可达到三级酸标准(苏联固定标准)。如果中间接受步骤分得细一些,操作更加仔细,适当增加重铬酸钾的用量,中间馏出物部分可达到二级或一级标准。

由于我厂生产的时间还不长,对于某些技术问题的钻研还不够,因而我们认为上述的方法还不够完善,希望有关方面给予指正。

結合中学化学教学进行土法炼钼

清宁一中理化组 陶荣达

在贯彻党的教育方针中,化学学科如何与生产劳动相结合的问题,引起了我校特别的重视。目前,我们以积极的边整边改的教法,想尽办法,使教学与当前的生产密切结合,尤其是土法化工生产。这学期高二化学,讲到原子结构,这是化学学科中最抽象的一章内容。过去我们总认为这一章联系实际很困难,这是因为教材

中理论和抽象概念较多,况且原子能的工业又是尖端工业。但这一学期在党支部的领导和支持下,我们大胆解放思想,破除迷信,结合教学进行土法炼钼,获得成功。同学们通过土法炼钼后,打破了对原子工业的神秘观点,从而有了更大的干劲来掌握化学知识,向科学进军。现在,把我们土法炼钼的方法,介绍如下。