

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

91

北京化工厂 编

(内部资料·注意保存)

化学工业出版社

硫化铵溶液 $(\text{NH}_4)_2\text{S}$

一、产品名称·性质·用途及规格

1. 产品性状及用途

产品名称：硫化铵溶液

分子式： $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ 分子量：68

产品一般性质：淡黄色或黄色液体，在空气中放置久易分解成多硫化物，其颜色逐渐加深。具氨气及硫化氢气臭味。受热分解，能溶于乙醇。

用途：分析试剂，照象等。

2. 产品规格

最低含量：16.5~20%

最高不纯物含量：%

測定項目	分析純	測定項目	分析純
燃燒残余物	0.02	砷	0.0003
氯化物	0.005	碳酸盐	合格

二、原料規格

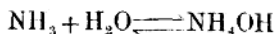
原料名称	控制項目	原料名称	控制項目
蒸餾水	要求不揮发物 及氯根均極小, 无二氧化碳。	液氮 粗盐酸(工业品) 硫化鉄(工业品)	99%以上

三、制造理論及操作过程

1. 理論

(1) 在蒸餾水中含大量二氧化碳, 但气体溶于水随温度升高而降低, 因此用煮沸方法去掉。

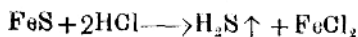
(2) 氨气 (NH_3) 溶于水时, 反应如下式:



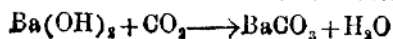
此反应为放热反应, 在热的情况下反应向相反方向进行, 故須將 NH_4OH 加以冷却。

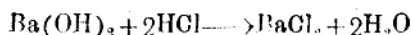
(3) 用氢氧化鈉洗滌氨的主要目的是除去氨中所帶的不溶物質, 及氯根、硫酸根、二氧化硫、二氧化碳等不純物。

(4) 盐酸与硫化鉄 (FeS) 反应如下式:

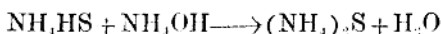


(5) 以氢氧化鋇洗去硫化氢气体中的二氧化碳、氯化氢等:





(6) 硫化氢与氢氧化鉍作用如下：



因通成硫化鉍不易控制，先令氢氧化鉍与硫化氢反应生成硫氢化鉍（即在不吸收硫化氢气后再来稀释，則較為方便）。

2. 操作过程

(1) 操作工序：

① 蒸餾水的处理——除去二氧化碳：

將蒸餾水放于洁淨的15或20呎长頸燒瓶中（用蒸餾水洗过），在火炉上加热至沸，并保持沸騰10分钟（此时要防止灰尘飞入），取下后放冷至室溫左右，且在瓶口装一胶塞，上装一弯形氢氧化鈉干燥管。使用前測氯根和二氧化碳。

② 制备无二氧化碳氨水：

將上述无二氧化碳的蒸餾水放于15呎綠色瓶內，至瓶体积 $\frac{1}{2}$ 处。將液氨通过裝有氢氧化鈉溶液的洗瓶及一空洗瓶，再导入綠色瓶中，至比重0.90时停止通入氨气，即得无二氧化碳的化学純粹的氨水。

控制說明（一罐液氨將用完时，要小心操作，以免洗液吸入罐中）：

1) 氨气流过的速度不可太大，一般在8~10小时通飽一瓶。

2) 通氨时瓶中温度开始下降（或保持不变），至溶液比重达0.90时停止通氨（方法見中間檢驗）。如小于0.90时，用无二氧化碳蒸餾水冲稀至比重为0.90。

3) 操作完毕后測氯根及二氧化碳，試驗必須合格。

③ 制备硫氢化鉍：

使粗盐酸慢慢流入硫化鉄中，使其作用生成硫化氢气体。將此

硫化氢通过氢氧化鋇洗瓶及蒸餾水洗瓶后，进入无二氧化碳氨水中，至不再吸收为止，即得硫化鋇溶液。

硫化鋇吸收器在吸收时，必須用冷水冷却，以加快吸收速度，（开始吸收的短時間內可不冷却）。

控制說明：

- 1) 硫化氢发生速度不得太快，以发生的气泡能一一数出为标准。太快不易洗清，并不易吸收。以加入盐酸速度控制之。
- 2) 通硫化氢至完全不吸收为止。
- 3) 如硫化鉄加酸不作用时，可将溶液弃去，經洗去渣滓后再使用。

4) 存放硫化鋇溶液时，絕對盖好胶塞，以防二氧化碳侵入。

5) 操作完毕即作中間檢驗。

④ 制备硫化鋇溶液：

将硫化鋇用同体积无二氧化碳的氨水稀释后，即为成品。冲稀后作氯根及二氧化碳中間檢驗及成份測定。

如成分不足17.5%时，須加入浓硫化鋇；如成分大于19%时，須加入氢氧化鋇冲稀，至成分符合于17.5~19%含量时为止。

（2）包装工序：

以500克为单位，分装于750毫升螺絲小口玻璃瓶中，然后盖以电木盖，旋紧后套以胶套。

四、注意事項

1. 分析控制項目

（1）蒸餾水及氢氧化鋇的中間檢驗：

① 碳酸盐及二氧化碳：取样品10毫升用30毫升无二氧化碳蒸餾水稀释，再加入饱和的氢氧化鋇水溶液5毫升，与未加入氢氧化鋇的同体积标准液比較，无混浊及沉淀现象生成即可使用。

② 氯化物：取样品20毫升（氢氧化鋇取15毫升）加入浓硝酸

酸化后，加入硝酸銀 2 毫升，与同体积的标准液比較，无混浊及沉淀现象即为合格。

(2) 成品的中間檢驗：

① 碳酸盐：取样品 10 毫升加入 3 毫升氯化鈣溶液，并溫熱之，无沉淀及混浊现象即为合格。

② 溶液 A 的配制：取样品 10 毫升，用煮沸过的无氧蒸馏水冲稀至 100 毫升。作氯根及成分之測定。

③ 氯化物的測定：取溶液 A 10 毫升，加水稀释至 20 毫升，并加入氨水 5 毫升，混合均匀后，加入含 1 克硝酸銀的 10 毫升水溶液中，然后过滤。取滤液 20 毫升，以浓硝酸酸化之，只有微量混浊现象产生，即为合格。

2. 安全注意事項：

(1) 操作时，注意仪器及安裝設備有无漏汽及破損现象；如无此现象，即可开始生产。

(2) 氨能刺激呼吸道，并能致肺水肿及影响粘膜发炎，操作时应在通风較好地方。分装及灌瓶时，应戴防毒口罩、眼鏡、胶皮手套。

(3) 硫化氢輕度中毒能引起眼睛发紅和結膜肿胀等症狀。急性中毒症狀，痙攣，失去知觉，因呼吸停止致死。

操作应在通风场所，如有硫化氢气味时，应戴防毒口罩。

如感到呼吸困难，胸部痛，应赶快扶到空气流通处休息。