

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

37

北京化工厂 編

(内部資料·注意保存)

化学工业出版社

二硫化碳 CS₂

一、产品名称、性質、用途及規格

1. 产品性狀及用途:

产品名称: 二硫化碳

分子式: CS₂

产品一般性質: 无色澄明液体, 具有类似氯仿气味。比重 $d_4^{20} = 1.2705$ 。沸点 46.5°C 。为脂肪、磷、橡胶、硫黄的良好溶剂。极易着火和爆炸, 在 100°C 左右即能自燃。有毒。其蒸汽比空气重 2.4 倍。

用途: 有机溶剂等。

2. 产品規格:

最高不純物含量: %

測 定 項 目	分 析 純
沸点范围	46~47°C
不揮发物	0.002
硫化物	合格
硫酸根及亚硫酸根	0.0002
水	合格

二、原料規格

原 料 名 称	控 制 項 目	原 料 名 称	控 制 項 目
二硫化碳	沸点46~47°C	氯化鈣	酸碱性、氧化物

三、制造理論及操作过程

1. 理論:

通过水洗、干燥及蒸餾等工序，制出沸点为 46~47°C 的精制二硫化碳。

2. 操作过程:

(1) 操作工序:

(a) 水洗: 先于洗滌的大桶中放入 1/3 体积的水, 然后将二硫化碳原料由装料用鉄管 (或玻璃管) 通入洗滌桶中, 当桶中水面涨至与边沿相齐时, 即停止加料。此时于桶中插入数根玻璃管或一根下端带噴头的鉄管, 露出的鉄管的上端可与水源連接 (注意皮管不要接触到二硫化碳), 打开水源, 此时水即从底部通过二硫化碳层从桶口溢出 (調整水流速度, 勿使过于猛烈, 致使二硫化碳遭受損失)。如此洗滌至二硫化碳清亮, 并不含硫酸根及二氧化硫为止 (約需 1.5 小时), 然后取出洗滌管放置半小时, 并常用玻璃棒緩緩搅动上面水层, 使其中或水面上浮的二硫化碳小滴下沉。

(b) 干燥：先处理干燥用桶。如干燥用桶装过其它溶剂，必須先用淨水彻底冲洗两次以上，并通入蒸气，再用蒸餾水洗淨，然后烘干。如使用原装二硫化碳的桶，則可先用淨水彻底清洗一次，然后用10斤酒精洗；如此反复两次，再用蒸餾水洗淨，烘干即可。

将洗好并經過很好分层的二硫化碳由桶的下面放出，裝于預先处理好的另一桶中（放至桶的体积 $4/5$ 处停止，必要时可滿放，用水洗淨并用烘干的鋪玻璃布和玻璃絲的漏斗过滤之，以去泥沙）。

然后加 7.5 公斤氯化鈣（挑选块大质松者为佳），将桶盖紧，滚动数次（切勿过于猛烈，以免撞击生出火花），至中間檢驗水份合格为止。

(c) 蒸餾：将干燥好的二硫化碳，由接好的上料管装入蒸餾鍋中，每鍋約裝70斤（加量視蒸餾鍋的大小而定）。装好后除去上料管，关闭上料口，开始加热（水浴的溫度最高不超过 70°C ），出10斤头和留10斤底另放，餾出的成品經中間檢驗合格即为成品。如不合格，須从新蒸餾，至合格为止。

蒸餾速度不可过快，以防蹦濺；中間可稍快些，快蒸干时慢些。

(2) 半成品及母液处理工序：

(a) 最后的头、底供其他用途。

(b) 废氯化鈣炒干后仍可供干燥之用。

(3) 包装工序：

用棕黑色，体积为 450 毫升的小螺絲口瓶分装，瓶盖內加一軟木垫及二錫紙垫，擰紧，外加胶帽。分装时可用虹吸管。

四、注意事項

1. 分析控制項目：

(1) 水洗工序中硫酸根和亚硫酸根的測定：

取10毫升样品和10毫升蒸餾水放入分液漏斗中，用力搖动 5 分

钟分清层后，放出二硫化碳，将水层放入比色管中加 1 滴碘液，再加 1 毫升氯化银，如在 15 分钟内不显混浊为合格。为了便于观察，可于另一比色管中，除了不加氯化银外，加上述同样的料。两者比较，如无显著的混浊，即为合格。

(2) 干燥工序中水份的测定：

先将试管在烘箱内烘干，取出冷却后，放入 10 毫升样品，加上塞子，放在盛有冰的烧杯中，保持温度在零下 $1 \sim 2^{\circ}\text{C}$ 5 分钟，取出比色管不要摇动，擦去管外水，观察有无混浊或水珠出现，如无即为合格。

(3) 蒸馏工序中硫的测定：

先将应用的比色管二个及量筒等洗净烤干，于一比色管中加入 2 毫升样品及 0.05 毫升汞（汞珠不宜太大），摇动 2 分钟，汞珠与空白比较；如变褐色，但仍有金属光泽，为纯级品；汞珠如无变化，则为分析纯级品。空白含 2 毫升蒸馏水和 0.05 毫升汞。

2. 不正常现象及处理方法：

(1) 水洗中硫酸根去不尽，可能是自来水中带进碳酸根等物的影响；此时可取少量样品仔细蒸馏后检验之。仪器一定要干净。

(2) 蒸馏不合格，是蒸馏速度太快，飞溅而过；可多去些头，并调节蒸馏速度。

3. 安全操作注意事项：

(1) 工作室应隔离火源，严禁吸烟。

(2) 凡鞋底有铁钉者，不得进入工作室。

(3) 操作室及包装室，应保持良好通风。

(4) 储放二硫化碳的容器必须放在室内通风、阴凉的地方，并防止阳光照射。储量不得超过 1500 公斤。

(5) 开始工作前必须检查各处电路是否封闭。二硫化碳特别易燃，非因工作需要不得进入室内。

(6) 工作室内外必须备有足量的消防器材，以确保安全。

(7) 室內通道必須全部鋪上橡胶板或芦席。

(8) 开放桶盖及蒸餾器上料口等，全部使用銅制工具，禁止使用鉄器。

(9) 室內蒸汽管路全部用石棉包好，蒸汽开关用湿麻袋盖严，以免蒸气管暴露空气中，散发热量，引起着火。

(10) 經常注意防爆灯外壳的波动。决不可用普通电灯。

(11) 接触多量二硫化碳蒸汽及分装时，必須戴上防毒口罩。

(12) 在操作二硫化碳期間，室內用直接蒸汽加热的各种机器設備、烘箱等，一律停止使用。

二硫化碳的蒸汽遇 100°C 左右的热源，可引起燃烧及爆炸，須特別注意。

二硫化碳

书号：(内)146

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—5000
