

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

12

北京化工厂 编

(内部资料·注意保存)

化学工业出版社

硫酸肼(硫酸联氨) $\text{NH}_2\text{NH}_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$

一、产品名称、性质、用途及规格

1. 产品性状及用途:

产品名称: 硫酸肼(硫酸联氨)

分子式: $\text{NH}_2\text{NH}_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$

分子量: 130.12

产品一般性质: 白色结晶, 粉末状或斜方体。254°C 熔融, 并随着分解。溶于水, 不溶于酒精。比重 1.378。为强还原剂, 易燃。有毒。

用途: 合成原料, 镍、钴、镉之定量试剂, 验血试剂, 从砷中析出砷等。

2. 产品规格:

最低含量: 90%

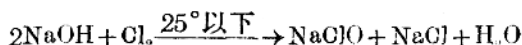
二、原料規格

原料品名	控制規格	備注
尿 素	工業品	白色結晶。
燒 碱	工業品	白色固體，具強烈腐蝕性，有毒。
液 氯	工業品	蒸發時為黃綠色液體。
硫 酸	工業品	白色或黃色油狀液體，具強烈腐蝕性。
高錳酸鉀	工業品	紫色結晶，為強烈氧化劑，有毒。

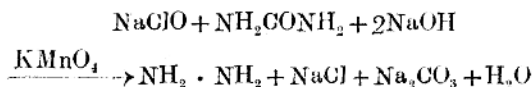
三、製造理論及操作工序

1. 理論：

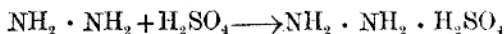
(1) 次氯酸鈉的合成：



(2) 聯氨的合成：



(3) 硫酸聯氨的合成：



合成次氯酸鈉時，反應溫度必須控制在 25°C 以下，並必須保持鹼性；否則促使分解或生成高价氯酸盐，对下一步合成联氨的反应不利。合成次氯酸鈉及联氨時所用的碱液，其金属离子及杂质应保持可能达到的最低限度，因金属离子对合成時所起副反应的影响为最大，而金属中銅离子比鉄离子对反应更加不利。

第二步合成联氨時应严格控制配料的准确度，至少控制次氯酸鈉不过量，否則生成的联氨被过量的次氯酸鈉所氧化而分解，对产率影响很大。第三步加硫酸沉出硫酸胍時溫度应低，否則也能促使联氨

蒸发或分解；加酸前应先中和到 $\text{pH} = 8$ ，使金属离子容易沉出，过滤除尽后再加足量的酸，使联氨全部生成硫酸盐而析出，这样能提高产品的质量。

2. 操作工序：

(1) 配制尿素溶液：按尿素 8 公斤、高锰酸钾 120 克、水 10 公斤的比例配成均匀的溶液，放置过夜，必要时可加热溶解。

(2) 碱液：按 40% 的浓度配制碱液，放冷，除去容器底部杂质，取上层澄清溶液备用。

(3) 合成次氯酸钠：取含有效碱 12 公斤的澄清碱液，加适量的冰。当反应温度在 25°C 以下时，通入氯 8.5 公斤， pH 为 10~12 之间（如能测定有效氯气含量最佳，其含量以尿素 8 公斤计，不得超过 9 公斤；若溶液仍为碱性而含量已超过 9 公斤时，可相应地增加尿素）。与尿素合成时，次氯酸钠的温度应严格控制在 $10\sim 15^{\circ}\text{C}$ 之间，浓度应控制在 9~11%，即溶液的总重量在 80~90 公斤。

(4) 合成联氨：取含有效碱 12 公斤的澄清溶液放入 200 升的容器内，温度必须低于 25°C ，然后在搅拌下很快地将尿素溶液加入，接着立刻加入次氯酸钠溶液并猛烈搅拌，同时通入蒸汽，使温度达 70°C 后放冷到 50°C 以下。

(5) 加 70% 硫酸中和所生成的碳酸钠及过量的氢氧化钠沉出杂质，放冷到 50°C 以下时在反应液中再加入 70% 的稀硫酸，到 pH 为 8~9 时过滤，除去沉淀物，收集清亮的滤液。

(6) 沉出硫酸脒：在过滤洁净的溶液中再加入 70% 的稀硫酸约 30 公斤，放冷到 25°C 以下，母液经中间检验不再析出结晶时（如酸量不足可适量补充），滤出结晶洗涤，甩干即为成品。

四、注意事項

1. 操作注意事項:

- (1) 碱液必須保持清亮。
- (2) 次氯酸鈉有效氯含量，以尿素 8 公斤計算不得超過 9 公斤或低於 8 公斤。
- (3) 次氯酸鈉反應及存放溫度不得超過 25°C 。
- (4) 加酸中和，pH 值不得小於 8，否則金屬離子及雜質溶解於酸，不能除去。
- (5) 第二次加酸必須加足。
- (6) 將尿素及高錳酸鉀溶液加到碱液中，應接著很快地加入次氯酸鈉溶液，否則尿素分解，影響產率。
- (7) 合成聯氨時，溫度必須嚴格控制，否則可能反應不正常影響產率，有時甚至於會引起聯氨猛烈分解，造成危險。

2. 安全注意事項:

- (1) 操作氫氧化鈉和硫酸時應穿膠皮衣褲(或圍裙)、膠鞋，戴膠手套、眼鏡等。
- (2) 沖稀硫酸時，必須用虹吸管將硫酸吸入水中，並注意速度不可太快，以免濺出。
- (3) 使用氯氣，遵守氯氣使用規則。
- (4) 使用离心机遵守該使用規程。
- (5) 合成聯氨工序如配料不准或溫度过高，往往會使聯氨分解而噴出容器；應穿膠皮衣服，戴眼鏡、帽子、口罩、手套等防護用具，以免發生灼傷。

硫酸肼 (硫酸联氨)

书号: (内)117

定价: 0.03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许可証出字第 092 号

化学工业出版社印刷厂印刷 内部发行

1959年第1版

1950年3月第1版第2次印刷

开本: $787 \times 1092 \cdot \frac{1}{32}$ 字数: 3千字印张: $\frac{4}{32}$ 印数: 2001—5000
