

HUAXUE SHIJI SHENGCHAN JISHU ZILIAO

42-71

化学试剂生产技术资料

北京化工厂 編

(内部資料·注意保存)

7.144

化学工业出版社

HUAXUE SHIJI SHENGCHAN JISHU ZILIAO

化学试剂生产技术资料



北京化工厂 編

(内部資料·注意保存)

化学工业出版社

四 氯 化 碳 CCl_4

一、产品名称·性質·用途及規格

1. 产品性狀及用途

产品名称：四氯化碳

分子式： CCl_4 分子量：158.84

产品一般性質：为无色透明液体，有特殊气味，揮发气体，比空气重五倍。比重 1.632 (0°C 时)。熔点 -23.77°C 。沸点 76.6°C 。微溶于水，溶于酒精、乙醛中。

用途：有机溶剂，灭火剂，医药等。

2. 产品規格

最高不純物含量：%

測 定 項 目	分 析 純	純
比重(d_4^{20})範圍	1.593~1.596	1.591~1.597
当气压在760毫米水銀柱时, 对于“分析純”和“純”应当蒸餾出其容积的95%以上, 蒸餾的溫度範圍°C	76~77.5	75.5~77.5
不揮发性残渣的含量	0.0005	0.001
氯化物含量	0.0002	0.0005
二硫化碳含量	0.0002	0.001
乙醛含量(CH_3CHO)	无	0.0006
酸 度	应符合試剂規格	
游离氨含量	应符合試剂規格	
硫酸試驗	应符合試剂規格	
碘試驗	应符合試剂規格	

依据資料：ГОСТ 5827—51

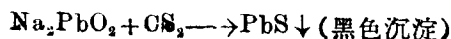
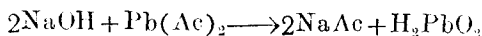
二、原料規格

原 料 名 称	控 制 項 目	檢 驗 方 法	備 注
四氯化碳	沸 点	75.5~77.5	
酒精95%			
氢氧化鈉			工业品
醋酸鉛			工业品
硫 酸	浓度66°Be		
氯化鈣	酸碱性中性	用石蕊試紙	

三、制造理論及操作过程

1. 理論

(1) 通过回餾去掉四氯化碳中的二硫化碳, 其反应如下:



(2) 通过酸洗除去一切溶于硫酸的物质，如不飽和碳氢化合物、酒精等；通过水洗除去酸性醛、氯根和游离氯等杂质。

(3) 通过干燥除去水分。

(4) 蒸馏除去四氯化碳以外的挥发和不挥发的所有杂质。

2. 操作过程

(1) 操作工序：

① 迴餾：

先检查迴流器是否漏气，并洗干净。

于缸中溶解氢氧化钠时，如急用可通入蒸汽溶解，浓度保持 $40 \sim 43^\circ \text{Be}$ 。

取四氯化碳15立升装入回流器内，再依次加入酒精15立升，氢氧化钠45毫升、醋酸铅2000克，然后开始搅拌，同时通蒸汽加热至沸腾。每沸腾半小时取小样作中间检验。直至硫化物合格即可停止回餾和搅拌。全部蒸出的四氯化碳留待下一工序使用；放出氢氧化钠溶液及黑色沉淀物置于缸中，取出上层清液调节浓度后仍可迴餾用，黑色沉淀可弃去。

② 水洗、酸洗：

先检修两台洗滌机，并洗净之。

水洗：取迴餾好的四氯化碳 750 公斤放鉄桶中，用玻璃管通入水，洗滌 1 小时，洗好的四氯化碳作下步处理。

酸洗：将水洗好的四氯化碳置酸洗机中，搅拌并徐徐加入硫酸 90 公斤。1 小时后取样作中间检验，如不合格可继续搅拌 30 分钟（时间由检验的具体情况决定）。必要时可停止搅拌，将酸层放出后再加入新酸搅拌（每次用酸 90 公斤），直至合格为止。合格后放出酸层，将四氯化碳压入碱洗机内作下步处理。放出的酸须视实际情况决定能否再用。

③ 碱洗、干燥：

准备干燥用的大桶（洗净并烘干）。将酸洗好的四氯化碳压入碱

洗機內，開動攪拌，同時加水，攪拌均勻後停止攪拌，上層水用玻璃管吸出，再加水攪拌，然後慢慢加入少許燒鹼溶液。取樣作酸性中間檢驗，如不合格，可再繼續加入少許燒鹼溶液，攪拌至合格為止。將合格的四氯化碳放入大桶中（約占桶體積4/5），加入氯化鈣7.5公斤及少許無水碳酸鈉，蓋好放置三晝夜，然後作中間檢查。如已干燥好，即可作下步處理；否則可再加入氯化鈣干燥，直至合格為止。

（4）蒸餾：將干燥好的四氯化碳放於蒸餾鍋中蒸餾，收集 $6\sim 77.5^{\circ}\text{C}$ 的蒸餾物即為成品，頭底另置。

注：如原料較好（硫化物及硫酸變暗物合格），可免去回餾和酸洗工序，將四氯化碳原料放置在開口的大桶中（有下料口），然後用皮管和水源聯上，皮管的另一端聯接玻璃管，把玻璃管插入桶內底部，再打開水門，水的流速不可太快，否則將損失四氯化碳較多。

（2）母液處理工序：

蒸餾出的頭底可再分餾一次，二次蒸餾出的頭底可酌情處理。廢氯化鈣及廢酸可另行處理。

（3）包裝工序：

① 瓶子：用450毫升棕色螺絲小口瓶。

② 應用工具：虹吸管（須洗淨烘干）。

③ 方法：瓶蓋內墊軟木墊及二錫紙墊，擰緊後套膠帽。

四、注意事項

1. 分析控制

（1）四氯化碳原料根據ГОСТ 5827—51進行全面分析，控制的項目為沸點、二硫化碳、硫酸試驗。

（2）回餾工序中間檢驗（控制硫化物）：

取20毫升樣品放入分液漏斗中，用水洗滌一次，然後取四氯化碳10毫升放入50毫升試管中，加3毫升亞鉛酸鉀溶液及1毫升酒

精，加热迴流 5 分钟，以不发暗为合格。

(3) 酸洗工序中间检验：

取 50 毫升样品放入分液漏斗内洗净，取 20 毫升样品置于 50 毫升带磨口塞试管中（预先用硫酸洗过），加 5 毫升硫酸振荡 5 分钟，分离出的硫酸层为无色或带浅黄色者为符合标准。

(4) 干燥前后的检验：

取 15 毫升样品放入分液漏斗中，加 20 毫升蒸馏水洗 4 分钟，然后取 10 毫升水加 1 滴酚酞和 0.5 毫升 0.1N 烧碱液，1 分钟内粉色不消失为合格。

(5) 蒸馏前检验（控制沸点、水分）：

取 20 毫升干燥好的四氯化碳在水浴锅上蒸馏，蒸馏出的头部不应混浊。再看头底多少，以决定大量蒸馏时的头底量。温度计要事先校正。

此外，注意干燥过程中水层是否分净。

2. 不正常现象及处理方法：

(1) 回馏工序检验不合格，原因是辅料数量不合适；此时可酌情增加酒精及醋酸铅的数量，或增加氢氧化钠的浓度。

(2) 在水洗时，如酒精未洗净，在酸洗时就会发热，甚至引起稠粘状态，所以水洗必须认真。

(3) 酸洗时，四氯化碳不可带水，否则硫酸遇水发热，引起四氯化碳的挥发，或出现粘稠不分层的状态；此时应迅速加大量冷水冲洗以放出酸层，并用硫酸重洗一次。

(4) 干燥不好，是酒精未去净，应用硫酸重洗一次。

3. 安全注意事项

(1) 操作室和包装室必须通风良好。

(2) 装料、卸料及包装均须戴防毒口罩。

(3) 室内不应放置过多酒精；操作中使用酒精时，应随取随盖紧。

(4) 所有放置四氯化碳的器皿应尽量严密。蒸馏、回馏时应注意冷却效率，使水流速度合适。

(5) 操作者在操作期间严禁喝酒。

(6) 使用机器、电器及蒸汽时，遵守各该使用规则。

(7) 使用酸碱，遵守各该使用规则。

(8) 包装时，空气中不得有盐酸气及其他酸气存在，亦不得有甲醛。

四 氯 化 碳

书号(内)177

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证出字第 092 号

化学工业出版社印刷厂印刷 内部发行

1959年9月第1版

1960年3月第1版第2次印刷

开本: 787×1092·1/32 字数: 4千字

印张: 4/32

印数: 2001—5000