

# 59  
112342  
07

# 法 驗 實 備 製 氣 毒

DR. HUGO STOLTZENBERG 著

張 郁 嵐 譯



國 立 編 譯 館 出 版  
商 務 印 書 館 印 行

# 毒氣製備實驗法

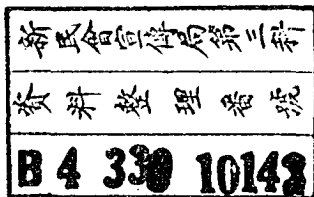
DR. HUGO STOLTZENBERG 著

軍政部兵工研究委員會專任委員

張郁嵐譯

## 注 意

本書各項製備實驗時諸多危險，設  
無教師指導，切勿鹵莽從事！



國立編譯館



## 弁 言

化學戰爭在歐洲大戰時，既肆其淫威，戰後遂成爲軍事家國防上鈎心鬪角之中心，今日歐美各國莫不設有機關主持研究，檢討結果，除祕而不宣者外；其啓發常識之著作，時有刊行，雖處平時，若臨大敵，其注意國防有如是者。

二十一年夏教育部召開化學討論會，特設國防化學一組，意在廣徵衆見，共籌良策，以樹國防化學之基礎。與會諸公乃有請教育部設立國防化學講座及請國立編譯館編譯國防化學書籍等案之決議。本館亦鑒於國防情形之迫切，暨軍事教育方面之需要，爰約國內對此問題夙有特殊研究之專家擔任編譯，並就近今允稱標準著作之外籍中，選得 Hanslian: Der chemische Krieg 及 Dr. Hugo Stoltzenberg: Darstellungsvorschriften für Ultragifte 二種，先行譯

述；前者由北京大學教授曾昭掄先生及北平大學教授吳屏先生譯出，後者由軍政部兵工研究委員會專任委員張郁嵐先生譯出；另有實驗法二種，一為復旦大學化學系教授韓組康先生所著之「烟幕發火劑及爆炸實驗」，一為曾昭掄先生所著之「炸藥製備實驗法」。炸藥製造一項，雖不屬於化學戰爭之範圍，然在學校作實驗時，頗有連類研習之便利，因并刊之，以期於國防教材方面得有適當之中文刊物，並副討論會諸公之雅望。

陳可忠

二十三年二月

## 吳 序

以毒制敵，自古然矣，於今爲烈。世界大戰，毒氛瀰漫歐陸，炸藥滅其威風。十餘年來，各國對於戰劑之探討，可謂至矣盡矣。著專書，刊雜誌，以爲文字之宣傳，舉行公開之講演，實施攻防之演習，以明實際之效驗。今後決勝，毒劑重要，視昔有加，勢所必然。國於今日，苟不自甘滅亡，戰劑之研究，誠不容須臾忽也。九一八以還，國人對於毒戰之研究，熱忱驟增，著作頓富，大有洛陽紙貴之概。顧推敲其內容，則上焉者不出空泛之常談，下焉者竟多不解之謬誤。讀紙上之空文，已感不如無書，作實地之試驗，究將何處問津。先進諸國之刊物，已難脫此窠臼，吾國著作之幼稚，更屬自檜以下矣。後進學子，青年軍官，果欲對於毒劑切實研究，誠苦無由入門。斯多程布博士(Dr. Hugo Stoltzenberg)，德之毒

氣專家也，歐戰中，追隨哈貝爾(F. Haber)氏在柏林毒氣研究院研究毒氣，極爲哈氏所器重。歐戰後，本其所學，獨資創設毒氣製造廠於漢堡。積十餘年之經驗，著毒氣製備實驗法一書，取材簡要，陳義淺顯，採用方法，固不必當於大規模之製造，要不失爲試驗室中少量製取之典範。同事張郁嵐博士，於化學兵器研習有年，公餘之暇，特爲逐譯，以餉國人；斯誠空谷之足音也。譯成爲弁數言，以誌所感。

二十二年十二月二十三日

吳欽烈

軍政部兵工署理化研究所所長

## 原 序

極毒之物質，吾人亦常用之爲化學戰劑而稱之爲毒氣或毒尤 (Ultragifte) 者，在科學上，即在警界與軍界以及殺蟲殺菌方面，其地位已日益重要，關於其化學組成及其化學與生理作用之理論，世人已多有敘述。但青年化學學者，尤其是青年軍人，毒氣軍官，或生理學者，如欲對於此類毒物有實際之認識，並在試驗室中作實際之製取，以供研究之需，常苦無驗方佳譜，以詳示其應有之操作，與必取之應付方法。夫人皆知關於此類物質之工作，絕不安全，雖清潔謹慎與確當將事，嚴重之危害，亦在所難免。

本書之目的，即在給與學者以簡單明瞭之說明，俾可在實驗室中製取各種毒氣——最初僅述其最要者——俾於最初認識此類神祕物質之際，



得以安心工作，不虞危險。一方則對於秉性浮躁鹵莽將事之輩，與以愷切之說明，俾知此項工作之需要小心與理智，較任何其他工作為甚也。

應用本書之人，最少有一小部分非化學專門人才，故對於實驗室之工作及儀器，尚難熟練，茲特在本書中，將每種實驗應用之儀器載明，並記述其防護方法，與觸毒後之處理。

每種毒氣製造之全套儀器與藥品，均可在漢堡城斯多程布博士之化學工廠 (Der Chemischen Fabrik Dr. Hugo Stoltzenberg, Hamburg.)購置之。

下列各實驗,計可分爲習知之五類:

(括弧內數字表頁數)

- I. 催淚毒氣 (白十字): 具強烈迅速之催淚作用,不遺後患。對於皮膚亦可發生輕微刺激作用,但不久即行完全消失。
  - A. 一溴二甲苯 (1)
  - B. 溴丙酮 (4)
  - C. 苯氯乙酮 (6)
  - D. 氯溴甲苯 (12)
- II. 噴嚏毒氣 (藍十字): 間有數種,對於皮膚亦具難堪之刺激作用(最著者,如二氯化乙肺)。
  - A. 亞當氣〔氯化二苯胺肺圍〕 (20)
  - B. 二氯化乙肺 (22)
  - C. 氯化二苯肺 (26)
  - D. 氯化二苯肺 (39)

III. 窒息毒氣 (綠十字): 具強烈毒性, 低濃度已足致人於死。

A. 光氣 (41)

B. 雙光氣 (53)

C. 氯化苦劑〔硝基三氯甲烷〕(58)

IV. 糜爛毒氣 (黃十字): 具極強之損膚作用, 同時具有傷害人體組織之功效。

A. 芥子氣〔二氯二乙硫〕(61)

B. 路易毒劑〔三氯化乙烯砷〕(75)

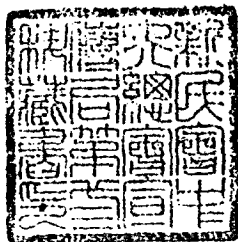
V. 毒血與毒神經毒氣 停滯血流與麻醉神經, 低濃度已足致死。

A. 氫氰酸 (82)

B. 氯化氰 (92)

C. 溴化氰 (95)

各種毒氣, 均按其毒性之強弱及危險程度, 列於上表。工作時尤須對於糜爛毒氣, 加以特別注意。因除橡皮外, 此類毒氣, 每能透過其他一切物質(譯者案: 芥子氣雖橡皮亦能透過, 惟需時較久耳), 致皮膚受嚴重之創傷也。



# 毒氣製備實驗法

## 第一章

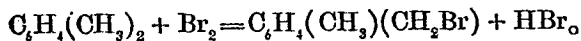
### 催淚毒氣 (Lachrymators)

#### A. 一溴二甲苯 (Xylyl bromide)

分子式:  $C_6H_4(CH_3)(CH_2Br)$ 。

性質: 淡黃色液體。

變化方程式:



應用之儀器 (見圖 1):

1. 長 25 cm. 內徑 4 cm. 玻筒 *A* 一枚; 又彎玻璃管 *G* 一枚, 用以使 *A* 與回流冷卻管 *B* 相接。
2. 回流冷卻管 *B* 一枚, 長約 60 cm.。



3. 滴漏斗 *C* 一枚

容量約 100 ccm.

## 4. 360°C. 溫度計

*D* 一枚。

5. 三孔橡皮塞 *E*

一枚。

## 6. 750 watt 電燈

*F* 一枚。

## 7. 容量 1 l. 之燒

杯 *H* 一枚。

## 8. 普通冷卻管一

枚長約 60 cm., 連同適宜  
之軟木塞。

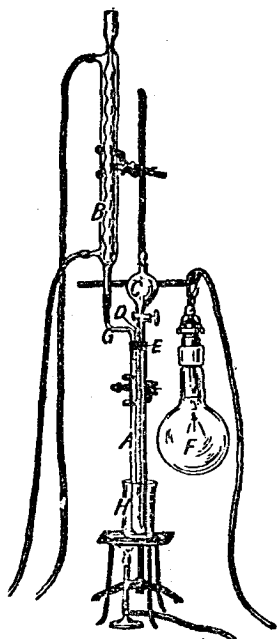


圖 1

## 9. 500 ccm. 之蒸餾瓶一枚。

## 10. 直徑 6 cm. 之蒸發皿一枚。

## 11. 長鐵架二枚, 冷卻管夾二枚。

## 12. 本生燈二枚。

## 13. 鐵三腳架一枚, 連同銅絲網一張。

## 14. 500 ccm. 之錐狀瓶一枚。

**15. 橡皮管數米。**

**製法：**於玻筒 *A* 中，注入二甲苯(xylene)100 g. 使玻管 *G* 連於冷卻管 *B* 上。再將 *A* 筒放入盛滿冷水之燒杯 *H* 中。燒杯則置於鐵三腳架之銅絲網上(如圖中之位置)。玻筒 *A* 上塞以三孔橡皮塞一枚。其第一孔中插入溫度計 *D*，達於 *A* 筒之底。第二孔中插入滴漏斗 *C*，其中裝 168 g. 溴。第三孔中，插入彎玻管 *G*，以便與冷卻管 *B* 相接。溫熱 *A* 筒中之二甲苯，使達  $50^{\circ}$ - $60^{\circ}\text{C}$ 。在強燈光 *F* 照射之下，將溴在三四小時內滴入即得。

**粗成品：**當理論上應得量之 98-99%。

**精製：**將粗成品傾入 500 cm. 之蒸餾瓶中。瓶之上端，裝溫度計。於蒸餾瓶之側面管上，接普通冷卻管；以錐瓶作接收器。然後於蒸餾瓶底加熱蒸餾之。在  $215^{\circ}$  至  $218^{\circ}$  所餾出之液體，為純粹之一溴二苯甲。

**純成品：**當理論上應得量之 61%，為無色液體。

**應具之防護：**宜在毒氣窗內工作，並需戴護

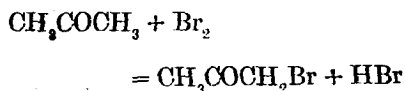
眼鏡。

## B. 溴丙酮 (Bromacetone)

分子式： $\text{CH}_2\text{Br}\cdot\text{CO}\cdot\text{CH}_3$ 。

性質：水狀無色液體，遇空氣與光常變暗色，久則膠化。

變化方程式：



應用之儀器 (見圖 2)：

1.  $360^\circ\text{C}$ . 溫度計  $T$  一枚。
2. 大口圓底燒瓶  $A$  一枚，容量約 1 l.，並帶三孔軟木塞  $K$  一枚。
3. 75 cm. 之滴漏斗  $C$  一枚。
4. 回流冷卻管  $B$  一枚，長約 1 m.。冷卻管內有玻

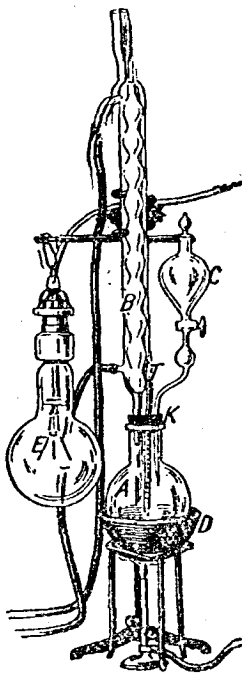


圖 2

球八枚。

5. 750 watt 電燈 *E* 一枚。
6. 水鍋 *D* 一枚。
7. 本生燈一枚。
8. 橡皮管 2 m.
9. 分液漏斗一枚，容量 1 l.
10. 漏斗一枚，連同摺濾紙一張。

**製法：**於圓底燒瓶 *A* 中，裝丙酮 50g.，氯酸鈉 31 g. 與水 100 g.，用三孔軟木塞 *K* 塞緊。於其第一孔中，插入滴漏斗 *C*；第二孔中，插入溫度計 *T*，第三孔中，插入回流冷卻管 *B*。將燒瓶 *A* 放於 40°C 之水鍋上。在 750 watt 燈光下，由滴漏斗 *C* 中，緩緩注入溴 69 g. (須時約一二小時)。滴完後，於 *A* 中現有二層液體：下層為溴丙酮，上層為水。於是將二者注入分液漏斗內，使下層之溴丙酮流入燒瓶中，加氯化鈣，使之乾燥。然後用摺濾紙濾過，無須再用蒸餾法精製 (因稍分解)。

**成品：**77 g.，約當理論上應得量之 65%。



**應具之防護：**在毒氣窗內工作，戴護眼鏡。  
如眼流淚；絕不可用手抹擦；宜走向室外，俾風將其吹散。

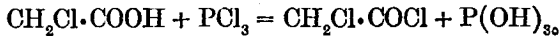
### C. 苯氯乙酮 (Chloroacetophenone)

**分子式：**  $C_6H_5 \cdot CO \cdot CH_2Cl$ 。

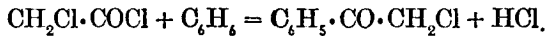
**性質：**白色固體，易溶於酒精。沸點  $245^\circ C$ ；  
熔點  $56^\circ - 58^\circ C$ 。

**變化方程式：**

第一步：由氯乙酸加三氯化磷，製成氯化氯乙醯 (chloroacetyl chloride)；



第二步：由氯化氯乙醯與苯，用氯化鋁 ( $AlCl_3$ ) 作媒介劑，製成苯氯乙酮；



**第一步：氯化氯乙醯之製造**

**第一步應用之儀器 (見圖 3)：**

1. 油鍋 A 一枚。

2. 11. 之三口瓶 *B* 一枚。
3. 筒狀之滴漏斗 *C* 一枚, 帶彎形滴管。
4. 混轉器 *D* 一枚, 用水銀作封閉液體, 帶鐵架。
5. 三路開關 *E* 一枚。
6. 回流冷卻管 *F* 一枚, 含玻球 6-8 枚。

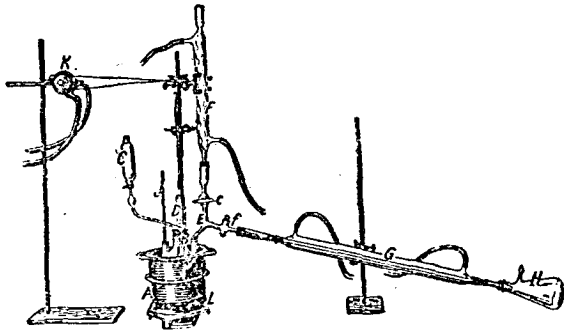


圖 3

7. 普通冷卻管 *G* 一枚。
8. 500 cm. 吸濾瓶 *H* 一枚, 作接收器之用。
9. 溫度計 *J* 一枚。
10. 水渦輪或電動機 *K* 一枚, 供旋轉之用。
11. 燒燈 *L* 一枚, 供加熱油鍋之用。

12. 高鐵架二枚,各附鐵夾二,冷卻管夾一。
13. 矮鐵架一枚,附冷卻管夾一枚。
14. 350 ccm. 蒸餾瓶一枚。
15. 本生燈一枚。
16. 木塞與橡皮塞各一枚, 供三口瓶與蒸餾瓶之用。
17. 錐瓶三枚,容量 30 ccm., 作接收器之用。
18. 橡皮管 5 m.。

**製法:** 儀器按圖 3 裝置齊備,於三口瓶 *B* 中, 注入氯乙酸 195 g. 於滴漏斗 *C* 中,注三氯化磷 86 ccm.。啓開回流冷卻管 *F* 上之開關 *C*, 而封閉普通冷卻管 *G* 上之開關 *f*。將三口瓶 *B* 放入油鍋 *A* 中, 緩緩加熱, 至插入 *B* 瓶中之溫度計 *J* 達到 85°C. (此時氯乙酸已溶化)。由漏斗 *C* 中, 緩緩滴入三氯化磷, 同時令混轉器 *D* 旋動。當注入時, *B* 瓶中液體之溫度須在 85°-95°C. 之間。若溫度過高, 即須添冷油於油鍋 *A* 中以和緩之。三十分鐘後, 於混轉器 *D* 上可見白色結晶, 愈集愈多; 再十分鐘, 混轉器便將不能轉動, 可即使其停止。三氯化

磷約須四十五分鐘滴完。滴完後，仍於油鍋上繼續溫熱二十分鐘，方啓開冷卻管  $G$  上之開關  $f$ ，將開關  $E$  關閉，使  $B$  瓶中之液體，由冷卻管  $G$  中，蒸餾入於接收器  $H$  中。同時使  $B$  瓶中之溫度，由  $95^\circ$  漸漸增高至  $120^\circ$ ，但不得再高。高至  $128^\circ$  則分解而生白煙，故溫度須加以調節。然後將接收器  $H$  中之液體轉注入 350 cc. 之蒸餾瓶中，加熱分餾，先後用三瓶接收之。第一瓶接收  $75^\circ$ - $95^\circ$  蒸出之液體；第二瓶接收  $95^\circ$ - $100^\circ$  蒸出之液體；第三瓶接收  $100^\circ$ - $108^\circ$  蒸出之液體。

第二瓶與第三瓶中之液體，可供製造苯氯乙酮之用。純粹氯化氯乙醯之沸點為  $105^\circ$ 。

**第一步成品：** 第二瓶中應得 25g；第三瓶中應得 43g。

### 第二步：由氯化氯乙醯製成苯氯乙酮

第二步應用之儀器（見圖 4）：

1. 水鍋一枚。
2. 1 l. 圓底燒瓶  $R$  一枚。

3. 帶球冷卻管 *K* 一枚，長約  $3/4$  m。
4. 普通冷卻管一枚，長約 1 m。
5. 吸濾瓶一枚，作接收器之用。
6. 2 l. 圓底燒瓶一枚。
7. 蒸汽發生筒一枚，供蒸汽蒸餾之用。
8. 普通冷卻管一枚，長約 1 m。
9. 彎玻管數枚。
10. 300 cc. 之錐瓶一枚，作接收器之用。
11. 橡皮水管 6 m。
12. 2 l. 分液漏斗一枚，供醃提取法之用。
13. 1 l. 錐瓶二枚。
14. 氯化鈣乾燥管一枚。
15. 200 cc. 蒸餾瓶一枚。
16. 30 cc. 錐瓶二枚。
17.  $360^{\circ}$  C. 溫度計一枚。
18. 素燒皿二枚。
19. 木塞與藥匙各一枚。

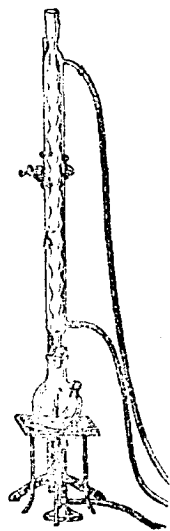


圖 4

20. 熔點測定器一枚。
21. 200 ccm. 蒸餾瓶一枚。
22. 本生燈三枚。

製法：於 11. 圓底燒瓶 *R* 中，注入氯化氯乙醚 30g., 苯 ( $C_6H_6$ ) 30g., 二硫化碳 100ccm.。漸漸加入氯化鋁之粉末 30g., 隨加隨搖。(氯化鋁須先迅速磨碎，盛入試管中稱之；儀器之全部，務須乾燥)。然後於 *R* 瓶上加回流冷卻管 *K*，將瓶放入  $55^\circ$  之水鍋中熱之。此時即見溶液中發生鹽酸氣；三小時後，方始停止。將二硫化碳用蒸餾法驅出，入於吸濾瓶中(易燃燒，須小心!)。 *R* 瓶中所餘之物質，則趁熱注入 300 ccm. 冰水中，再以水沖淨瓶壁；冰水係盛於 21. 圓底瓶內。加濃鹽酸 10 ccm. 於溶液中，使成酸性。通入蒸汽，直至蒸出之水中不含油點(不變化之苯)為止。但蒸汽之通過，不得逾 20-30 分鐘，否則苯氯乙酮亦將被蒸汽帶出。

俟 21. 圓底瓶中之水冷卻，即見有結晶或棕色之油沈浮於其中。於是將其注入分液漏斗中，加醚提取三次。將三次共得之醚溶液，加水搖洗三

次。與水分開後，用摺濾紙迅速濾過；再注入分液漏斗中，以氫氧化鈉稀液搖洗一次。分開後，將醚溶液再用摺濾紙濾過，使其入於錐瓶中。加乾燥之氯化鈣一匙，置之經夜，以去其中水分。錐瓶口上最好塞以氯化鈣乾燥管，以防空中水氣侵入。翌晨用滴漏斗將乾燥之醚溶液漸次注入 200 ccm. 蒸餾瓶中，瓶上接有普通冷卻管。在水鍋上加熱，將醚驅入吸濾瓶中（注意火險！）。俟醚完全蒸出，苯氯乙酮則存於蒸餾瓶中。於是於瓶上加溫度計，換裝冷卻管與接收器，直接加熱瓶底蒸餾之。在  $240^{\circ}$  以前蒸出之物質廢棄之。 $242^{\circ}$ - $252^{\circ}$  蒸出之物質則為苯氯乙酮（沸點  $248^{\circ}\text{C}$ ）。所得蒸餾物以寒劑冷之，半小時至一小時間成為固體，塗於素燒皿上乾燥之。熔點  $50^{\circ}$ 。

**第二步成品：**15-18g. 當理論上應得量之 58%.

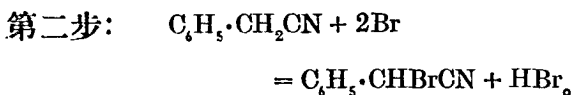
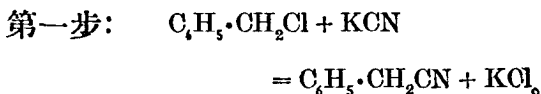
**應具之防護：**雙目須戴護眼鏡。倘眼覺燒辣，不可以手抹擦，宜走向上風或新鮮空氣處。處理其固體物質須着手套。遇毒之皮膚以德錫丁膏 (destinsalbe) 塗之。

## D. 溴氰甲苯 (Bromobenzyl cyanide)

分子式： $C_6H_5 \cdot CHBrCN$ 。

性質：易分解之液體。沸點 (12 mm. 壓力)  
 $125^\circ - 135^\circ C$ 。

變化方程式：



第一步 由氯甲苯 ( $C_6H_5 \cdot CH_2Cl$ ) 製  
    氰甲苯 ( $C_6H_5 \cdot CH_2CN$ )

第一步應用之儀器：

1. 2 l. 圓底燒瓶一枚。
2. 回流冷卻管一枚, 長 60 cm.。
3. 鐵架一枚帶冷卻管夾及鐵夾各一枚。
4. 鐵三腳架與鐵絲網各一枚。
5. Babo 氣浴斗一枚。



6. 本生燈一枚。
7. 11. 之蒸餾瓶一枚。
8. 直形冷卻管一枚,長約 60 cm.。
9. 360° C. 溫度計一枚。
10. 500 cc. 之錐瓶二枚,作接收器之用。

**第一步製法:** 於 21. 之圓底燒瓶中,注入酒精 400 g., 水 200 g., 溶解氰化鉀 260 g., 加氯甲苯 400g.。瓶上裝回流冷卻管, 瓶下加火煮之。三四小時後轉入 11. 蒸餾瓶中。接直形冷卻管, 加溫度計蒸餾之, 取其在 220°-230°C 蒸出之液體。

**第一步成品:** 300g., 當理論上應得量之 8%。

### 第二步 溴氰甲苯之製法

**第二步應用之儀器 (見圖 5):**

1. 壓縮空氣一瓶 A。
2. 250 cc. 之洗氣瓶  $B_1$ ,  $B_2$  二枚。
3. 水鍋 C 一枚。
4. 反應玻璃筒 D 一枚, 長 35 cm., 徑 4.5 cm.。
5. 750 watt 電燈一枚。

6. 回流冷卻管 *E* 一枚,長 60 cm.
7. 橡皮水管 2 m.
8. 軟木塞及連接橡皮管。
9. 本生燈二枚。
10. 11. 之燒杯一枚。
11. 鐵架一枚帶冷卻管夾一枚。

蒸汽蒸餾應用之儀器 (見圖 6):

12. 1.5 l. 之蒸餾瓶 *D* 一枚。
13. 1.5 l. 之燒瓶 *R* 一枚。
14. 防險管 *S* 一枚。
15. 彎玻管 *H* 一枚。
16. 直形冷卻管 *I* 一枚。
17. 300 cc. 之錐瓶一枚。
18. 鐵架三枚,帶鐵夾二枚,冷卻管夾一枚。
19. 鐵三腳架一枚。
20. 鐵絲網二片
21. 本生燈二枚。
22. 橡皮水管 2 m.

真空蒸餾應用之儀器 (見圖 7):

23. 雙孔橡皮塞  $G$  一枚, 單孔橡皮塞  $G$  二枚。
24.  $360^{\circ}\text{C}$ . 溫度計  $T$  一枚。
25. 吸濾瓶  $S$  一枚。
26. 毛細玻璃管  $C$  一枚帶橡皮管及銅夾。
27. 厚橡皮管 2 m.
28. 氣壓計一枚。
29. 水力抽氣管一枚。

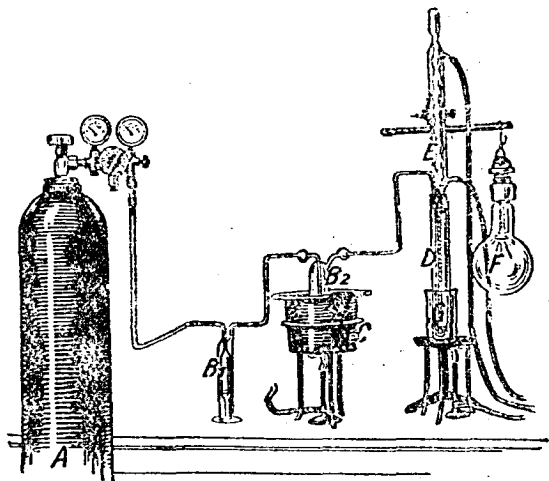


圖 5

第二步製法：於反應管  $D$  中 (見圖 5), 注入  
 氰甲苯 ( $\text{C}_6\text{H}_5 \cdot \text{CH}_2\text{CN}$ ) 300 g., 上塞三孔之橡皮塞。

其三孔中，分別插入回流冷卻管  $E$ ，導氣管與溫度計各一枚。將反應管  $D$  放入油鍋  $G$  中，(以燒杯裝油) 熱至  $110^{\circ}$ 。

於 200 ccm. 之洗氣瓶  $B_2$  中，加溴 150g.。按圖用橡皮管與玻管連於反應管  $D$  上(玻管與玻管務相密接以防溴之侵蝕橡皮)。裝溴之洗瓶，則置於水鍋中，熱至  $78^{\circ}$ - $80^{\circ}\text{C}$ 。由壓縮空氣瓶  $A$  內，緩緩

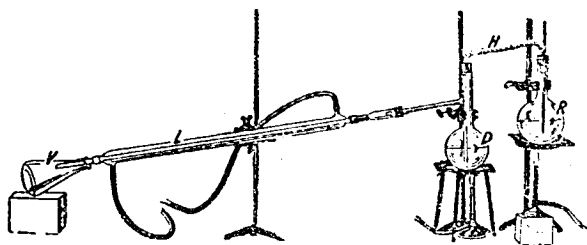


圖 6

通出空氣，經過洗瓶  $B_2$  之硫酸中。洗瓶  $B_2$  中之溴，即被空氣攜帶而入反應管  $D$  內。同時以 750 watt 燈光照之。經 5-6 小時， $B_2$  瓶中之溴，完全入反應管之後，仍繼續通入空氣 6-8 小時，以便將反應管中所得之溴化氫驅盡。

將反應管中所得之物質，注入蒸餾瓶  $D$  中

(見圖 6)。此瓶與一相等大小之蒸汽發生瓶  $R$  相連。其他一端接於冷卻管  $L$  上。冷卻管之末端置錐瓶，作接收器。將  $R$  瓶中之水煮沸，使水蒸汽通過  $D$  瓶中。旋見冷卻管中流出棕黃色之油狀液體，入接收器  $V$  中。同時於  $D$  瓶底加熱，至餾出之水，再含油狀物質為止。將接收器  $V$  中之液體，轉注入分液器內。分開水層，取其油層，注

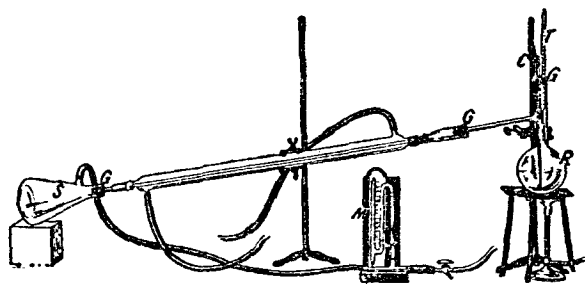


圖 7

入錐瓶，加氯化鈣乾燥之。乾後轉入圖 7 之  $R$  瓶中，用真空蒸餾法，在 12 mm. 之氣壓下蒸餾之。在  $125^{\circ}$ - $132^{\circ}$ C. 蒸出之物質，即為氘溴甲苯。此真空蒸餾法儀器之裝置，見圖 7 便知。 $R$  為蒸餾瓶，上端塞雙孔之橡皮塞。一孔中插溫度計  $T$ ；他孔中插毛細管  $C$  (係由玻管拉長者，以便由此處稍近

空氣，防止過熱之弊)。管端裝橡皮管一段，與銅夾一枚，用以調節吸入之空氣。蒸餾瓶之出口處，接冷卻管 *G*，與接收器 *S*，連氣壓計 *M*，通排水抽氣管。

**第二步成品：** 410 g.，約當理論上應得量之 82%。

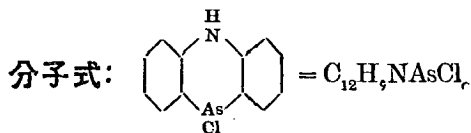
**應具之防護：** 工作防護法與苯氣乙酮同。

## 第二章

### 噴嚏毒氣 (Sneezing Gases)

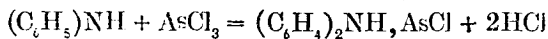
#### A. 亞當氣 (Adamsite; Phenarsinechloride)

[氯化二苯胺砷團] (Diphenylaminechlorarsine)



性質: 暗綠色固體物質, 純潔者為淡黃色結晶, 熔點 194°C。

變化方程式: 係由二苯胺與三氯化砷按下列方程式製成:



應用之儀器 (見圖 8):

1. 200 ccm. 圓底燒瓶 *A* 一枚，其頸之直徑約 25 mm.。帶磨合塞(軟木塞與橡皮塞，均易為亞當氣所侵蝕，故不宜用，以玻璃磨合塞為宜)。

2. 長 24 cm.，粗 25 mm. 之玻璃管 *B* 一枚，帶磨合塞。上裝冷卻管，長 20 cm.。

3. 石墨鍋 *D* 一枚(係直徑 12 cm. 之鐵盤，內裝石墨粉高  $\frac{3}{4}$ )。

4. 高鐵架 *E* 一枚，帶鐵圈，直徑約 8-10 cm.。另裝冷卻管夾一枚。

5. 徑 10 cm. 研鉢一枚。

6. 360° C. 溫度計一枚。

7. 乾燥器一枚，裝硫酸。

8. 本生燈一枚。

9. 橡皮管數米。

製法：於 *A* 瓶中，注三氯化砷 50 g.，二苯胺 42.3 g.。瓶口連玻璃管 *B*，上連冷卻管 *C*。(冷卻管之

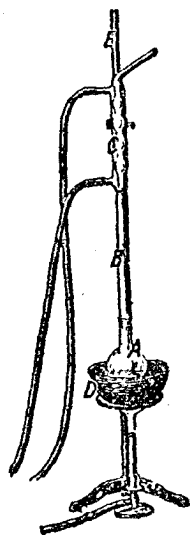


圖 8



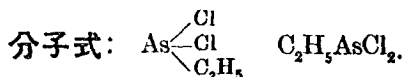
內管,不宜過小,以其易於封閉也。最好將冷卻管之下端切去,與 B 管熔合)然後將 A 瓶置石墨鍋上,熱至 200° C., 經相當久長之時間。

28 小時後,將 A 瓶中尚熱之物質,傾入瓷蒸發皿中(此皿須在乾燥器中置之經夜),旋即變為暗綠色之固體。用鉢磨碎成粉。比重 1.1, 熔點 190°-195°。

成品: 當理論上應得量之 95-100%。

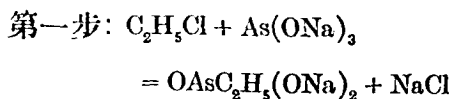
應具之防護: 在毒氣窗下工作,用防毒口罩保護鼻腔及喉頭之黏膜。

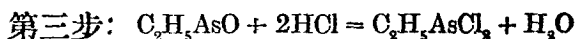
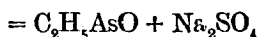
## B. 二氯化乙胂(Ethyldichlorarsine)



性質: 水狀無色液體,經久變淡棕色。

變化方程式:





第一步應用之儀器 (見圖 9):

1. 氧氣鋼瓶 *A* 一枚, 容量 3/4 l.
2. 加熱器 *B*, 由鐵皮製成, 外包石棉, 帶水轉輪 *C*, 供旋轉氧氣瓶之用, 另帶溫度計 *T*.
3. 電動機 *D* 一枚。
4. 圓底燒瓶一枚, 容量 1.5 l.
5. 彎玻管一枚。
6. 直形冷卻管一枚, 長 1 m.
7. 吸濾瓶一枚, 容量 3/4 l.
8. 回流冷卻管一枚, 長 3/4 m.
9. 二氧化硫鋼瓶一枚。
10. 水鍋一枚。
11. 橡皮水管 2 m.
12. 本生燈二枚。
13. 蒸餾瓶一枚, 容量 1 l.
14. 200 ccm. 滴漏斗一枚。
15. 直角彎玻管一枚, 一端甚長。

16. 直角彎玻璃管一枚，一端甚短。
17. 軟木塞。
18. 鐵架二枚，帶鐵夾與冷卻管夾各二枚。
19. 鐵絲網一片。
20. 三腳架或鐵圈一枚。

製法：於鋼瓶 *A* 中，加氯乙烷( $C_2H_5Cl$ )與砷酸鈉漿 [ $As(NaO)_3$ ]各 300 ccm. (砷酸鈉漿係由水 677g.

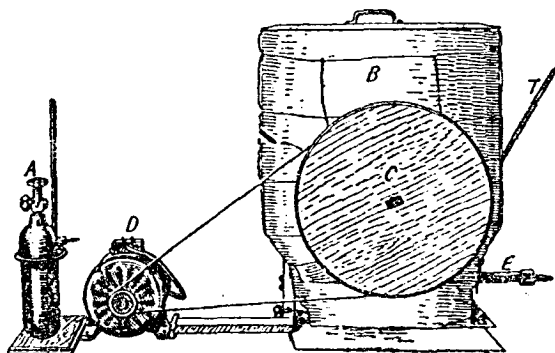


圖 9

與氫氧化鈉 755 g. 三氧化砷 451 g. 混合而成。其比重為 1.883)。封閉後，將瓶放入加熱器 *B* 中並裝於水轉輪 *C* 上(見圖 9)。藉電動機 *D* 之力推動水轉輪。*A* 瓶隨之在加熱器中旋轉。*B* 器係由 *E*

管輸入煤氣，加熱  $115^{\circ}$ - $120^{\circ}$ 。經 12-14 小時後，將鋼瓶 *A* 中之物質，傾入 1.5 l. 之蒸餾瓶中。先用彎玻管與冷卻管及吸濾瓶，將副產物酒精蒸出（防火險！）。瓶中存餘之殘物加鹽酸使成酸性。裝上回流冷卻管，煮十分鐘。取去回流冷卻管。俟瓶冷

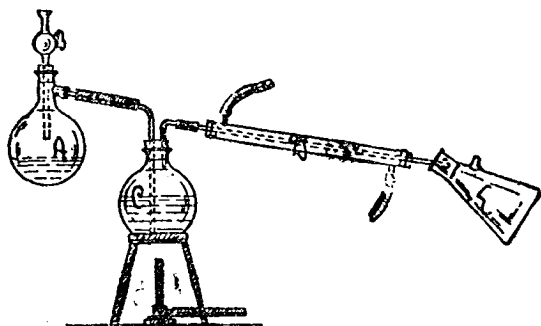


圖 10

*A* 為圓底燒瓶，內裝濃鹽酸與食鹽。*B* 為滴漏斗內裝濃硫酸。*C* 中存反應物。*D* 為直形冷卻管。*E* 為接收器。

卻，由瓶口通入二氧化硫（瓶口不塞），至試驗無五價之砷為止。（試法係取瓶中之鹽酸液 2-3 g.，放入 300 ccm. 錐瓶中煮之，至  $\text{SO}_2$  完全驅盡，冷卻後，加  $\text{KI}$  1 g.；若有五價砷，溶液即顯棕色。如加澱粉稍許，立變藍色。）如瓶中溶液不含五價砷時，即加

熱煮沸，驅盡二氧化硫。冷卻後，通入鹽酸氣，至溶液中之鹽酸成分達 37% 爲止。（以滴定法測驗之。發生鹽酸氣，最好用硫酸滴入食鹽中以取之）。然後如圖 10 之裝置，於鹽酸氣流之下蒸餾之。

蒸餾後，應得之二氯化乙肼，即存於接收器中，沸點  $156^{\circ}\text{C}$ 。

成品：當理論上應得量之 77%。

應具之防護：須在毒氣窗下工作，眼用護眼鏡，鼻口用防毒口罩。手帶橡皮套，因其不獨侵害黏膜，且傷及皮膚也。

### C. 氯化二苯肼

(Clark I; Diphenylarsine chloride)

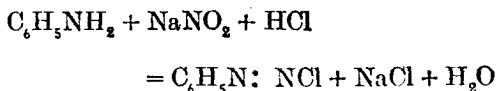
分子式： $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{AsCl}$ 。

性質：純潔時爲白色結晶體，普通帶淡黃色，如奶油狀。

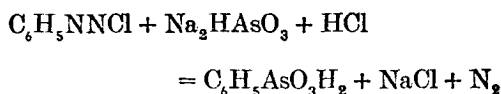
變化方程式：第一法爲氮化法，其變化分六步：

第一步：苯胺與硝酸鈉（製得氯化重氮苯

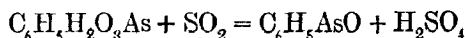
( $C_6H_5N_2Cl$ ):



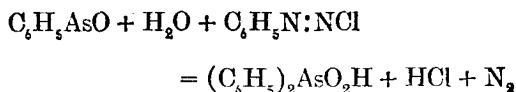
第二步：氯化重氮苯，加亞砷酸鈉（使得苯腫酸）:



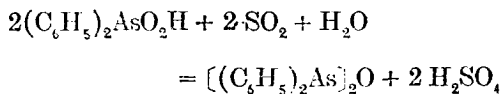
第三步：苯腫酸加二氧化硫還元（製成氧化苯腫）:



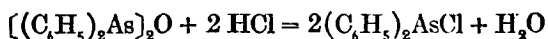
第四步：氧化苯腫再加氯化重氮苯（得二苯腫酸）:



第五步：二苯腫酸加二氧化硫還元（得氧化二苯腫）:

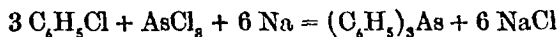


第六步：氧化二苯腫加鹽酸（得氯化二苯腫）:

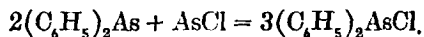


第二法由三氯化砷與苯經三苯胂製成，變化分二步：

第一步：由氯化苯與鈉及三氯化砷製三苯胂：



第二步：由三苯胂與三氯化砷製氯化二苯胂。



第一法應用之儀器：

1. 800 ccm. 燒杯一枚，用裝苯胺。
2. 500 ccm. 燒杯一枚，用裝亞硝酸鈉溶液。
3. 1500 ccm. 燒杯一枚，用裝亞砷酸鈉溶液。
4. 2000 ccm. 厚燒杯二枚。
5. 5000 ccm. 玻筒二枚。
6. 500 ccm. 滴漏斗一枚。
7. 500 ccm. 分液漏斗一枚。
8. 徑 120 mm. 之漏斗二枚。
9. 徑 125 mm. 之瓷吸濾斗一枚。

10. 100 ccm. 吸濾瓶二枚。
11. 1000 ccm. 蒸發皿二枚。
12. 直徑 14 cm. 研鉢一枚。
13. 500 ccm. 錐瓶二枚。
14. 250 ccm. 洗氣瓶一枚。
15. 大冰桶, 可以放置 5 l. 之玻筒者一枚。
16. 混拌器連電動機一套。
17. 鐵架鐵夾各三四枚。
18. 鐵三腳架二枚, 帶石棉網板二枚。
19.  $-50^{\circ}\text{C}$  至  $+30^{\circ}\text{C}$  之低溫溫度計一枚。
20. 藍紅試紙各一捲。
21. 姜黃紙 (turmeric paper) 與剛果紙 (Congo paper) 各一捲。
22. 本生燈二枚。
23. 20 ccm. 之吸量管一枚, 爲取試樣之用。

第一法製法: 取新蒸餾之苯胺 18.6 g, 注入燒杯中, 加鹽酸 45 g. (比重 1.19), 水 200 g., 用冰冰冷。將此溶液, 滴入上項苯胺之溶液中, 至碘鉀澱粉變藍爲止 (由過量之亞硝酸而生碘之故)。如此



製成之氯化重氮苯 ( $C_6H_5N_2Cl$ ) 溶液, 放入冰水中冷之。又於另一 5 l. 玻筒中, 按下式配製亞砷酸鈉溶液:

溶解 29.6 g.  $As_2O_3$  與 12 g.  $NaOH$  於 200 cc.  $H_2O$  中。

溶解 27.6 g.  $Na_2CO_3$  於 30 cc.  $H_2O$  中。

溶解 1 g.  $CuSO_4$  於 10 cc.  $H_2O$  中。

此混合溶液, 置於筒中, 外面以食鹽冰水冷卻; 然後將前製已冷之氯化重氮苯溶液在攪拌下滴入此混合溶液中, 液內溫度不得增至零度以上, 最好在  $-3^\circ$  至  $-7^\circ C$ 。同時溶液須為鹼性, 宜時常用藍試紙測定之 (若見其變紅, 即須稍加氫氧化鈉溶液)。滴入之時間, 約須三小時。然後使氮化之溶液成較強之鹼性, 再繼續攪拌三小時, 至以  $\beta$  萘酚溶液 (betanaphthol solution) 試之不變紅色為止。倘氣沫太多可稍加醚除去之。

氮化完畢後, 溶液中加濃鹽酸, 至藍試紙將變紅色; 但不得使剛果紙變藍色。然後用吸濾斗將氣沫與溶液分開, 濾出之黃色母液, 再加濃鹽酸至

使剛果紙變藍。置之經夜，則由液中分出苯肼酸 16 g.。母液中尚含之苯肼酸，可加食鹽將其析出。最好不將苯肼酸濾出，而將全體溶液連同沈澱小心蒸乾。將殘渣研成粉末，用濃醋酸在 70°C. 時溶解，加 1 g. 碘之溶液；通入 SO<sub>2</sub> 二小時還元之；然後將溶於液中之 SO<sub>2</sub> 驅盡，溶液中，即現白色鱗狀氧化苯肼之沈澱。得 18.6 g.，當理論上應得量之 50%。

所得之氧化苯肼，溶於 300 ccm. 之規定 NaOH 溶液中，在零度時如前法再氮化之。此次氮化，應用新蒸餾之苯胺 9.3 g.，鹽酸 22.5 g.，水 100 g. 及溶解 7 g. 亞硝酸鈉於 80 g. 水中之溶液。氮化之時間須六小時。

因二苯肼酸較苯肼酸不易溶解，此處所加鹽酸須加至對於藍試紙呈中性反應。濾去氣泡後，加鹽酸至剛果紙變藍。蒸耗少許，則二苯肼酸成灰白色之針狀結晶。濾過之，將其混於 200 ccm. 鹽酸中(比重 1.19)，加碘液少許，在 70° 通入 SO<sub>2</sub> 還元之。通入半小時後，氯化二苯肼即成油狀分出。

**第一法成品：**12 g.約當理論上應得量之23%，  
以苯胺爲計算標準。

**第二法應用之儀器：**

1. 本生燈三枚。
2. 鐵架一枚，高 1.5 m.。
3. 鐵架二枚，高 1 m.。
4. 鐵架三枚，高 80 cm.。
5. 鐵三脚架三枚。
6. 大水鍋一枚，適合 5 l. 燒瓶之用(圖 11B)。
7. Babo 氣浴斗一枚，適合 5 l. 燒瓶之用。
8. 500 cc. 錐瓶，帶軟木塞。
9. 5 l. 長頸燒瓶(圖 11A)一枚，帶軟木塞二枚。
10. 500 cc. 滴漏斗一枚。
11. 直徑 4 cm. 漏斗一枚。
12. 空氣冷卻管，長約 2 m., 帶軟木塞(圖 11C)一枚。

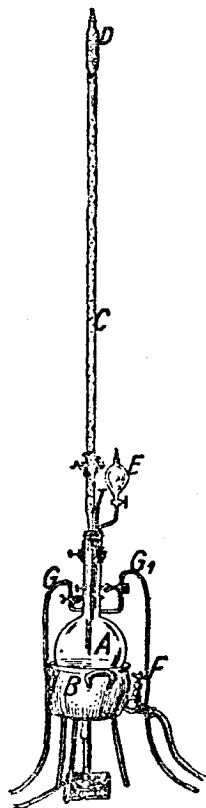


圖 11

13. 氯化鈣管(圖 11 D)一枚。
14. 直徑 6-8 mm. 玻管一枚,長約 1 m.
15. 丁形玻管一枚。
16. 冷卻管夾五枚。
17. 鐵夾六枚。

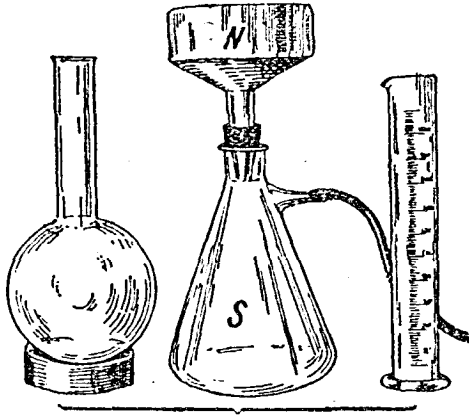


圖 12

18. 直徑 15-20 mm. 橡皮塞二枚。
19. 吸氣唧筒二枚。
20. 5 l. 吸濾瓶(圖 12 S)一枚。
21. 直徑 20 cm. 吸濾斗一枚,帶橡皮塞(圖 12 N)一枚。

22. 直徑 12 cm. 鐵圈一枚。
23. Babo 氣浴斗二枚, 適合 1.5 l. 燒瓶(圖 13 C)之用。
24. 1.5 l. 蒸餾瓶(圖 13 A)一枚, 帶塞二枚。
25. 1 l. 滴漏斗(圖 13 B)一枚。
26. 直徑 10 cm. 漏斗(圖 13 T)一枚。
27. 長 120 cm. 冷卻管(圖 13 L)一枚, 帶軟木塞一枚。
28. 1.5 l. 之吸濾瓶二枚, 帶橡皮塞二枚。
29. 唧接管二枚, 帶軟木塞二枚。
30. 5 l. 之燒瓶, 帶軟木塞二枚。
31. 360°C 溫度計四枚。
32. 高壓蒸餾器(圖 14 A)一枚, 帶唧器(圖 14 F)一枚, 電動機(圖 14 M)一枚。
33. 500 ccm. 之刻度滴漏斗(圖 14 T)一枚。
34. Babo 氣浴斗一枚, 適合 2 l. 燒瓶(圖 15 B)之用。
35. 氣壓計(圖 15 Q)一枚。
36. 真空分餾器(圖 15 A)全套。

37. 抗壓瓶(圖 15 D)帶橡皮塞一枚。
38. 厚橡皮管 5 m.
39. 普通橡皮管 16 m.
40. 石棉紙 1 m.<sup>1</sup>。

**第二法製法：**先須將應用之鈉，製成易起反應之狀態，最好成絲狀或粒狀。

(1) 鈉絲 將鈉用壓鈉器使其由一直徑 2.5 mm. 毛細管口擠出。鈉絲一出管口，即須以盛冷苯之瓶接收之，以免在空中氧化。

(2) 鈉粒 置鈉於長頸圓底燒瓶中，加二倍甲苯或二甲苯。瓶口裝回流冷卻管，瓶下加熱，將鈉熔融。取去冷卻管及火，以栓鬆塞瓶口，用力搖振之，至瓶中溫度降至 60°-70°，鈉即變為粒狀矣。

製三苯胂 (triphenylarsine) 時，取鈉 210 g. 放入 5 l. 長頸圓底燒瓶中(見圖 11 A)，加純苯 3 l. 於瓶口裝冷卻管 *C*，滴漏斗 *E*，溫度計 *T*。冷卻管由盛玻片之玻管製成(水冷卻管有爆裂之虞，因而起火)，上端裝氯化鈣乾燥管 *D*。全瓶放入水鍋內，其側面有大號出水開關 *F*，以便出水通暢。瓶之兩

側置橡皮管兩條  $G, G_1$ ，以便於反應時用冷水冷卻之需。然後將三氯化砷 300 g，氯苯 505 g 之混合物，由滴漏斗  $E$  於一小時內注入瓶中。一二小時後，即起反應，愈起愈烈。待瓶中溫度升至  $60^{\circ}-70^{\circ}$  時，即以橡皮管  $G$  與  $G_1$  送冷水冷卻之，使瓶中液體

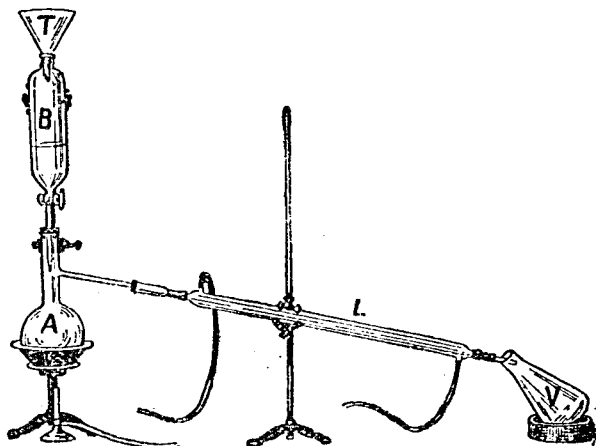


圖 13

不至沸騰。末後反應漸弱，雖不加冷卻，瓶中之溫度，亦自動降低。生成之氯化鈉，沈於瓶底，佔總量三分之一。然後在水鍋上加熱，煮沸六小時，以圖其澈底反應。冷卻後，將含三苯腫之苯，用圖 12 之裝置，使與氯化鈉分離，再以苯 5 l. 洗淨。

將一切苯溶液，用圖 13 之裝置，將苯蒸去，至瓶中物質之溫度升高到  $260^{\circ}$  方行停止 ( $260^{\circ}$ - $270^{\circ}$  開始分解)。瓶中所餘之三苯肼，遇冷即結成淡棕色之固體，無須精製，便可作製造氯化二苯肼之用。成品當理論上應得量之 96-98%。

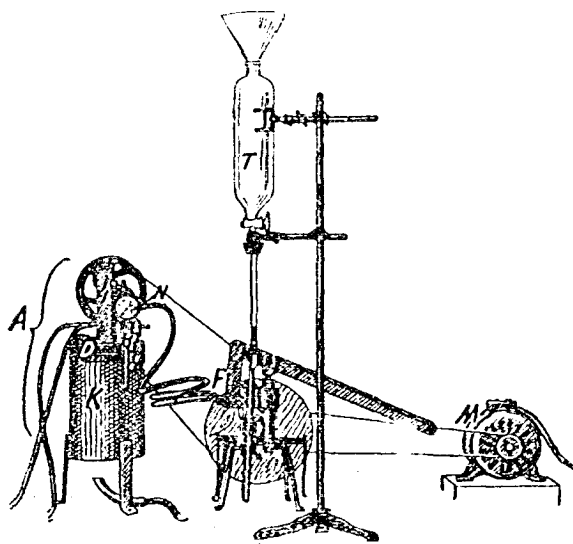


圖 14

由三苯肼製造氯化二苯肼，非在高氣壓下不可；故宜利用下述之儀器（見圖 14）：

高壓蒸餾器一枚（圖 14 A），容量約 2 l，壓力約



五氣壓。器上裝氣壓計(圖 14 *N*)及旋轉混和器(用手搖),用唧管 *F* 可以壓入液體。

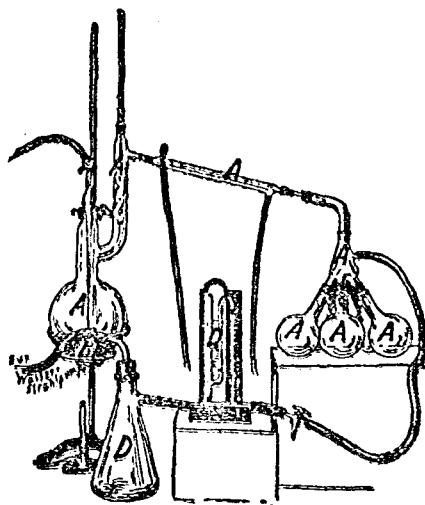


圖 15

取三苯肼 1386 g. 放入壓煮器中, 啓開器上之活門, 加熱至  $250^{\circ}$ - $255^{\circ}$ 。復將活門關閉, 用壓器 *F* 裝入三氯化砷 544 g.。此時器中壓力增至二個氣壓, 仍在  $250^{\circ}$ - $260^{\circ}$  間, 用混和器攪動一小時。俟冷卻後, 用圖 15 之真空蒸餾器分餾之。其分餾所得之物質如下:

5% 苯 + 三氯化砷

15-20% 二氯化苯砷

60-65% 氯化二苯砷

12-14% 三苯砷

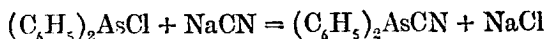
成品：60-65%

#### D. 氰化二苯砷

(Clark II; Diphenylarsine cyanide)

分子式： $(C_6H_5)_2AsCN$ 。

變化方程式：



應用之儀器：

1. 水鍋一枚。
2. 600 ccm. 與 150 ccm. 錐瓶各一枚。
3. 直徑 6 cm. 吸濾斗一枚。
4. 500 ccm. 吸濾瓶一枚。
5. 耐壓橡皮管 1 m.。
6. 排水抽氣管一枚。
7. 500 ccm. 分液漏斗一枚。

### 8. 500 ccm. 錐瓶一枚。

**製法：**取純潔之氯化二苯肅 300 g., 放入 600 ccm. 之錐瓶中, 鬆塞以栓, 熱至  $60^{\circ}$ 。於另一 300 ccm. 之錐瓶中, 用水 50 g. 溶解氰化鈉 50 g.。由滴漏斗將此氰化鈉溶液滴入氯化二苯肅中, 同時用力搖振。此時氯化二苯肅變為暗色。至完全滴入後, 仍加熱至  $60^{\circ}$ , 搖振一小時; 然後趁熱過濾, 使與氰化鈉分開。母液則再用分液漏斗使鹽水與氰化二苯肅分開。

**應具之防護：**製造時務須於毒氣窗中之。宜戴眼鏡, 帶橡皮手套或面具。觸毒後, 以漂白粉液消除之。

## 第三章

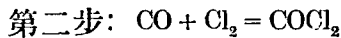
### 窒息毒氣 (Asphyxiants)

#### A. 光氣 (Phosgene)

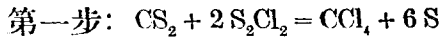
分子式： $\text{COCl}_2$ .

性質：常溫時爲氣體，沸點  $8.2^\circ$ 。

第一法變化方程式：由一氧化碳與氯經下列  
二次變化製成：



第二法變化方程式：由四氯化碳與三氧化硫  
經下列二次變化製成：



**第一法第一步應用之儀器：**

1. 500 ccm. 蒸餾瓶一枚，附帶單孔橡皮塞一枚。
2. 200 ccm. 滴漏斗一枚。
3. 鐵架一枚，帶夾一枚。
4. 鐵三腳架一枚。
5. Babo 氣浴斗一枚。
6. 本生燈一枚。
7. 250 ccm. 洗氣瓶一枚。
8. 三口瓶二枚，帶單孔橡皮塞三枚。
9. 長 2 m. 直徑 1 cm. 玻管一枚。
10. 彎玻管二枚。
11. 螺絲銅夾四枚。
12. 橡皮水管 4 m.

**分析一氧化碳應用之儀器：**

1. 100 ccm. 之亨培氏 (Hempel) 量氣管一付。
2. 亨培氏吸氣球三枚，一供吸收  $\text{CO}_2$ ；一供吸收  $\text{O}_2$ ；一供吸收  $\text{CO}$  之用。

**第一法第一步之製法：**於 1 l. 蒸餾瓶中，熱濃

硫酸 200 g. 至 110-120°。由蒸餾瓶上之滴漏斗中，滴入蟻酸 54g.，旋即生出 CO，其成分約為 97-98%。於是將其導入 25 l. 之儲氣器中，或大號三口玻瓶中，其上已刻有度數者為佳。

**第一法第一步成品：**由 85% 之蟻酸 54 g. 可製成 97% 之 CO 23 l. 與理論量相差無幾。若欲加以分析，則用上列之儀器行之。

**第一法第二步應用之儀器(見圖 16)：**

1. 250 ccm. 之洗氣瓶  $a, a_1$  二枚。
2. 300 ccm. 之氯化鈣乾燥塔  $b, b_1$  二枚。
3. 氯氣流測量器  $c_1$  一枚 (速度每小時約 0-20 l.)。
4. 一氧化碳氣流測量器  $c$  一枚 (速度每小時約 0-20 l.)。
5. 數氣泡瓶二枚  $d_1, d_2$ 。
6. 5 l. 之三口玻瓶  $E$  一枚，帶單孔橡皮塞三枚。
7. 彎玻管二枚  $f_1, f_2$ 。
8. 長 10 cm. 直徑 1.5 cm U 形管  $k, l$  二枚。

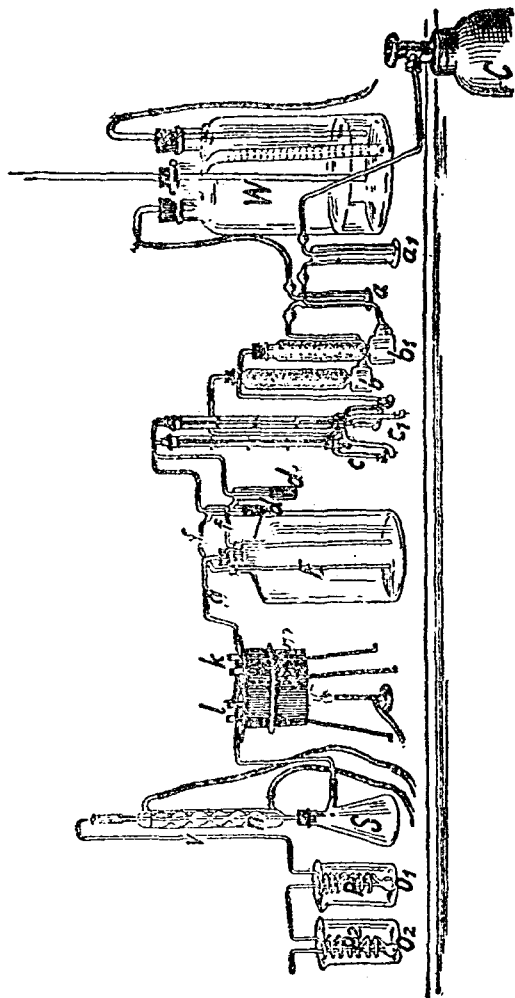


圖 16

9. 水鍋  $m$  一枚。
10. 鐵三脚架一枚。
11. 本生燈二枚。
12. 1 l. 之吸濾瓶  $S$  一枚, 帶單孔橡皮塞一枚。
13. 長 30 cm. 之冷卻管  $n$  一枚。
14. 光氣凝結器  $p_1, p_2$  二枚。
15. 1.5 l. 之燒杯  $o_1, o_2$  二枚, 最好用德瓦氏 (Dewar) 保溫器二枚。
16. 連接玻管  $v$  一枚。
17. 厚橡皮管 1 m.
18. 橡皮水管 2 m.
19. 氯氣—鋼瓶  $C$ ,

**第一法第二步製法：** 應用之氯，由氯氣鋼瓶  $C$  中取給。應用之  $CO$ ，由儲氣瓶  $W$  中取之。兩種氣體均須使其經過濃硫酸瓶  $a, a_1$  與氯化鈣塔  $b, b_1$  澈底乾燥之；然後兩種氣體各經過一量氣器  $c, c_1$  及數氣泡器  $d, d_1$ ，而入於混氣瓶  $E$  中。混氣瓶爲一三口之玻瓶，容量 5 l.。三口均用橡皮塞封密。二塞中通導氣管兩枚  $f, f_1$ ；此兩管之尾端，



須達於瓶底；他一孔中，通出氣管  $g$  一枚。氯與一氧化碳氣體混合後，即由此管通入 U 形管  $k$  中，再由  $k$  管通入 U 形管  $l$  中，其速度為 8-10 l。  $k$  與  $l$  兩管內，裝活性炭，管外以水鍋  $m$  加熱至  $95^\circ$ 。此處發生之光氣，先入吸濾瓶  $S$ ，經過冷卻管  $n$ ，略加冷卻，達到接收器  $o_1$  與  $o_2$  之中。此二器之外面，均用冰塊與食鹽混成之寒劑冷卻之。光氣於此中即變為液體。裝置儀器時，各處務必緻密，以防洩氣。活性炭管  $k$  與  $l$ ，須先用氯與一氧化碳飽和，然後再量二氣之速度，方能準確。

**成品：**由 97% 之 CO 18 l，得光氣 56 g，當理論上應得量之 59%。

**第二法：**由二硫化碳，先製成四氯化碳，再與三氧化硫製成光氣。

**第二法第一步應用之儀器（見圖 17）：**

1. 長 1.20 m. 之鐵架六枚。
2. 冷卻管夾四枚。
3. 直徑 12 cm. 鐵圈二枚。
4. 鐵夾三枚。

5. 本生燈三枚。
6. 水管 6 m.
7. 銅絲網三片。
8. 溫度計三枚。
9. 鐵三腳架一枚。
10. 徑 6-8 mm. 玻管 1 m.
11. 螺旋夾二枚。

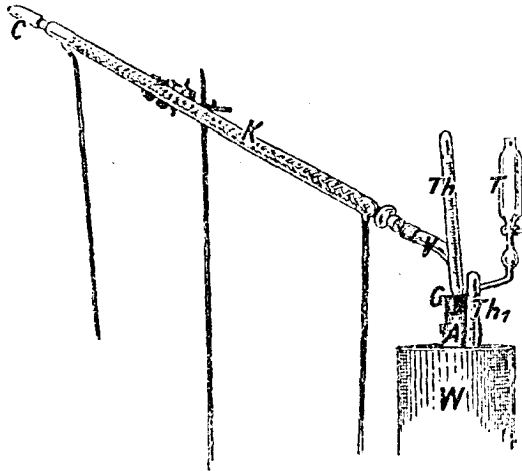


圖 17

12. 高筒形水鍋 *W* 一枚。
13. 鐵質反應器 *A* 一枚, 帶橡皮塞一枚。

14. 滴漏斗  $T'$  一枚。
15. 連接彎頭  $V$  一枚,帶橡皮塞。
16. 專門冷卻管  $K$  一枚,帶氯化鈣乾燥管  $C$ 。
17. 洗氣瓶一枚。
18. 1.5 l. 之蒸餾瓶一枚,帶橡皮塞。
19. 1000 ccm. 之滴漏斗一枚。
20. 長 1.2 m. 之冷卻管二枚,帶軟木塞五枚。
21. 500 ccm. 之蒸餾瓶四枚,帶軟木塞四枚。
22. 500 ccm. 之分液漏斗一枚。
23. 100 ccm. 之量瓶一枚。
24. 150 ccm. 之蒸餾瓶一枚,帶軟木塞。
25. 徑 20 cm. 之吸濾斗一枚。
26. 排水抽氣管一枚。
27. 3-4 l. 之吸濾瓶一枚,帶橡皮塞。

**第二法第一步之製法:** 於容量 1 l. 之長形圓鐵筒  $A$  中,加氯化硫 1000 g.。以橡皮塞  $G$  塞筒口,塞上有三孔,其一孔中插連接管  $V$ ,與冷卻管  $K$  相接, $K$  端裝氯化鈣管  $C$ ,以防溼氣侵入;其第二孔中插溫度計  $Th$  達到筒之中部;其第三孔中插滴漏

斗  $T'$ 。反應筒  $A$ ，則置於水鍋  $W$  中。其中之水量，須達到反應鐵筒高度四分之三。

於前一日晚間，由滴漏斗  $T'$  中，於常溫一小時內滴入二硫化碳 229 g.，置之經夜。

第二日早晨，將鐵筒中之物質，用水鍋  $W$  緩緩加熱，使溫度漸漸加高，至晚間方升至  $60^\circ$ 。在此溫度下，再置之經夜。

第三日早晨，增高溫度至  $80-83^\circ$ ，維持此溫度 6-7 小時。然後去火，聽其冷卻，並放置一日。

第五日早晨，取反應器中之物質，用吸濾瓶將硫黃分開。將其母液仍放入原器中，於滴漏斗  $T'$  處，換裝導氣管達於器底，而由此管通入氯氣 50 g.，在  $60-80^\circ$  之下氯化之。此氯氣係用鹽酸滴於 45 g. 高錳酸鉀上製成；惟氯氣於通入反應器以前，尚須經濃硫酸乾燥之。氯氣通畢，即將反應器中之液體煮沸，維持沸騰狀況 4-5 小時。

第六日，將反應物質注入 500 ccm. 之蒸餾瓶中蒸餾之。於  $105-110^\circ\text{C}$  餾過之液體，即為粗四氯化碳。瓶中之殘渣，為  $\text{S}_2\text{Cl}_2$ ，可作下次之用。

所得之粗四氯化碳，尚須精製之。

粗四氯化碳液體，預先即接入另一 500 cc. 之蒸餾瓶中。精製時，於其中加水 150 cc.，用 500 cc. 之蒸餾瓶復蒸餾之，至水亦開始餾過爲止。餾過之  $\text{CCl}_4$ ，再須兩次加 20%  $\text{NaOH}$  150 cc.，再蒸餾之。如此所得純潔之  $\text{CCl}_4$ ，加氯化鈣吸去水分。比重爲 1.594，沸點爲 75-77°。

**第二法第一步成品：**當理論上應得量之 75-80%，以二硫化碳爲計算標準。

**第二法第二步應用之儀器（見圖 18）：**

1. 500 cc. 大口圓底燒瓶 *A* 一枚，帶三孔橡皮塞一枚。
2. 長 60 cm. 回流冷卻管 *C* 一枚。
3. 200 cc. 滴漏斗 *D* 一枚。
4. 150°C. 溫度計 *E* 一枚。
5. 250 cc. 洗氣瓶 *H* 一枚。
6. 冷卻管與洗氣瓶之連接管 *G* 一枚。
7. 特製凝結器 *J*, *J*<sub>1</sub> 二枚。
8. 1.5 l. 燒杯 *K*, *K*<sub>1</sub> 二枚。

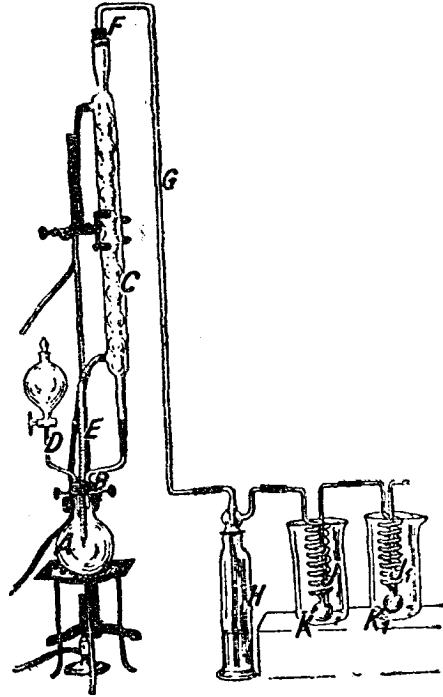


圖 18

9. 鐵架一枚。
10. 冷卻管夾一枚，鐵夾一枚。
11. 鐵三腳架一枚，帶鐵絲網一片。
12. 本生燈一枚。
13. 橡皮水管 2 m.。

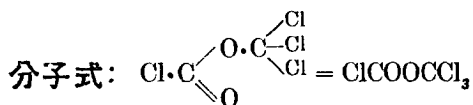
**第二法第二步之製法：**注四氯化碳 100 g. 於 500 ccml. 之圓底燒瓶 *A* 中，瓶口以三孔橡皮塞 *B* 封閉，第一孔中插冷卻管 *C*；第二孔中插滴漏斗 *D*；第三孔中插溫度計 *E*。冷卻管之上端，裝一橡皮塞，由塞中通一彎玻璃管 *G*，達到盛硫酸之洗氣瓶 *H* 中。洗氣瓶之後端，接於兩枚凝結器 *J, J\_1* 上。凝結器外，用裝寒劑（食鹽和冰塊）之燒杯 *K, K\_1* 冷卻之。

儀器裝齊後，秤含 60%  $\text{SO}_2$  之發煙硫酸 140 g.，儲於漏斗 *D* 中。俟 *A* 瓶中之四氯化碳煮沸，該發煙硫酸即於正沸騰時由漏斗 *D* 中滴入 *A* 瓶中。光氣即隨之而生成，經過洗瓶 *H* 洗淨，達於凝結器 *J, J\_1* 中。

**第二法第二步成品：** 94 g.，當理論上應發量之 92%。

**應具之防護：** 須在毒氣窗下工作，並戴防毒面具或防毒口罩，如中毒較輕時，可吸受氨氣，重則靜臥，即請醫生診治。

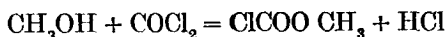
## B. 雙光氣 (Diphosgene; Trichloromethyl chloroformate)



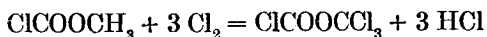
性質：無色液體，沸點  $128^\circ\text{C}$ 。

變化方程式：

第一步：



第二步：



第一步應用之儀器(見圖 19 及 20)：

1. 光氣凝結設備全套(見圖 19)，包括光氣鋼瓶  $P$  一枚，上裝導氣管  $G$ ，通氣螺旋玻管  $S$ 。螺旋管長約 1 m.，內徑 8 mm.，置於無底之 2 l. 玻瓶  $F$  中。

2. 500 ccm. 大口圓底燒瓶(圖 19  $R$  及圖 20  $R$ )。

3. 直徑 25 cm. 之蒸發皿(圖 19  $B$ ) 一枚，適



合燒瓶  $R$  之大小,以便裝寒劑之用。

4. 長 60 cm. 之冷卻管(圖 20  $K$ )一枚。
5.  $50^{\circ}\text{C}$  溫度計(圖 20  $T$ )一枚。
6. 鐵架一枚,帶冷卻管夾一枚。
7. 鐵三腳架一枚,及鐵絲網一片。
8. 本生燈一枚。
9. 橡皮水管 2 m.。
10. 250 ccm. 滴漏斗一枚。
11. 長 80 cm. 冷卻管一枚。
12. 500 ccm. 蒸餾瓶一枚,帶單孔橡皮塞。
13. 500 ccm. 錐瓶一枚,作接收器用。

第二步應用之儀器(見圖 21):

14. 特製氯化器一套(圖 21),包括長 40 cm. 內徑 4 mm. 之反應管  $R$  一枚,帶導氣管  $D$  一枚。
15. 氯氣鋼瓶  $C$  一枚。
16.  $150^{\circ}\text{C}$ . 溫度計一枚。
17. 750 watt 電燈泡  $N$  一枚。
18. 反光鏡一枚(圖中無之)。
19. 60 cm. 回流冷卻管  $K$  一枚。

20. 250 ccm. 洗氣瓶 *G* 一枚。
21. 燒杯 *O* 一枚 (代油鍋)。
22. 鐵三腳架一枚, 帶鐵絲網一片。
23. 本生燈一枚。
24. 短形比重計一枚, 1,000-2,000。

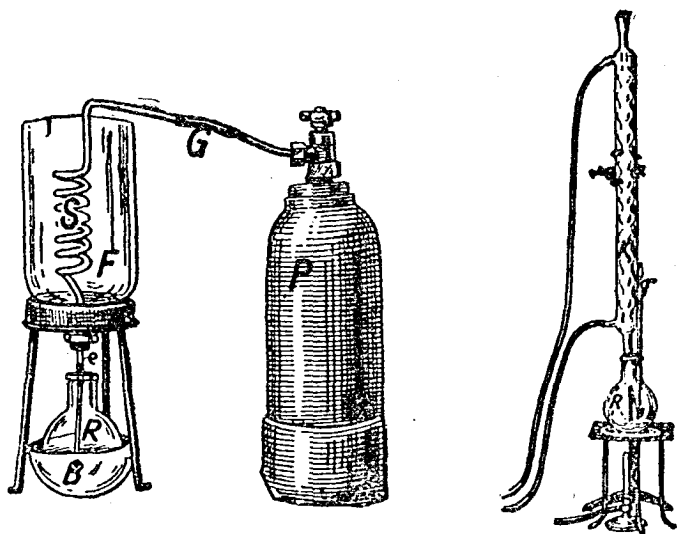


圖 19

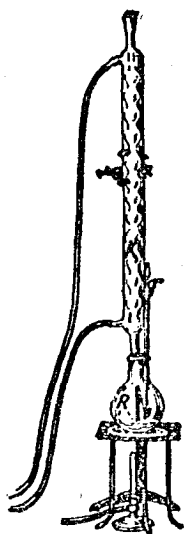


圖 20

**第一步製法：** 製造雙光氣時，須預先將用作原料之光氣，變為液體。其液化所用之儀器，見圖 19。液化方法，係由鋼瓶 *P* 中放出光氣，經過螺旋

管 *S*；因該管外面用寒劑(食鹽和冰塊)冷卻，故光氣於通過時，變為液體，滴入圓底燒瓶 *R* 中。燒瓶外面，亦用寒劑冷卻，使光氣不至揮發。圓底燒瓶及盛寒劑之蒸發皿 *B*，最好在通光氣之先，置於秤盤之上，俟滴入之液體光氣，達到 392 g. 時，即停止通送光氣，大約須時一小時之譜。然後於 *R* 瓶口，裝回流冷卻管一枚，滴漏斗一枚，漏斗中盛甲醇 ( $\text{CH}_3\text{OH}$ ) 128 g.。仍在冷卻之下，將甲醇在二小時內緩緩滴入液體光氣中。其變化甚烈，須特別留心。最好隨滴隨搖，圓底燒瓶不能離開寒劑，至要至要！反應終了後，將瓶由寒劑中取出，於原滴漏斗處，換裝滴漏斗一枚，全瓶置於鐵三腳架上(見圖 20)，緩緩加熱，將瓶中物質煮沸，至不再發生鹽酸氣為止。

**第一步成品：** 氯甲酸甲酯 300 g.，當理論上應得量之 75%。

**第二步製法：** 氯甲酸甲酯之再加氯化，使其變為雙光氣，則須利用圖 21 所示之儀器。於反應器 *R* 中，注入氯甲酸甲酯 300 g.。由儲氯氣之鋼

瓶 *C* 中, 放出氯氣, 經洗氣瓶 *G*, 及導氣管 *D*, 達反應器 *R* 中。在強烈氯氣流通過之下, 用電燈 *N* 映照, 並同時於反應器底加熱, 使器中物質之溫度常在  $90-95^{\circ}$  之間。氯化時間, 約須 15-16 小時, 所得雙光氣之沸點為  $127^{\circ}$ 。

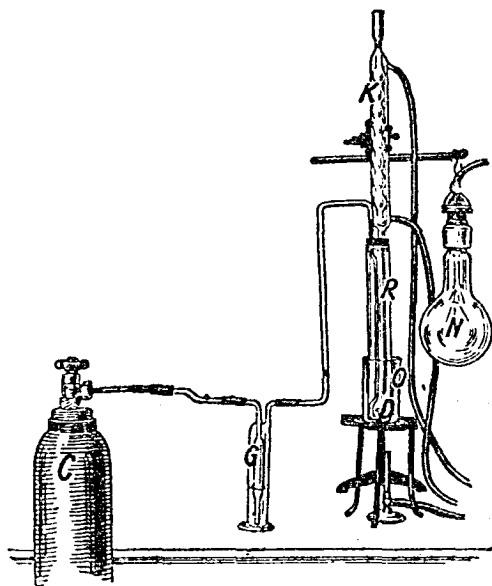


圖 21

第二步成品: 用氯甲酸甲酯 300 g., 得雙光氣 435 g., 當理論上應得量之 70%。

應具之防護：須在毒氣窗下工作，並戴防毒面具。液體雙光氣，可以濃氫氧化鈉消除。其氣體則以氨消除之。中毒處理，與光氣同。

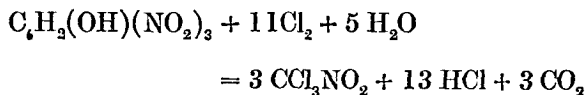
### C. 氯化苦劑(Chloropicrin)

[硝基三氯甲烷] (Nitrochloroform)

分子式： $\text{CCl}_3\text{NO}_2$

性質：無色液體，沸點  $113^\circ\text{C}$ ，比重 1.69。

變化方程式：



應用之儀器(見圖 22)：

1. 5 l. 圓底燒瓶 *A* 一枚，帶雙孔橡皮塞 *B*，導器管 *C*，及出氣管 *D*。
2. 冷卻管 *E* 一枚，帶接收器 *F* 一枚。
3. 蒸汽發生器 *G* 一枚，帶昇水管 *H* 一枚。
4. 鐵架一枚，帶冷卻管夾。
5. 鐵架一枚，帶鐵夾一枚。
6. 本生燈二枚。

7. 鐵三脚架二枚。
8. Babo 氣浴斗 *J* 一枚。
9. 橡皮水管 2m.
10. 2 l. 分液漏斗一枚。
11. 1/2 l. 瓷蒸發皿一枚。

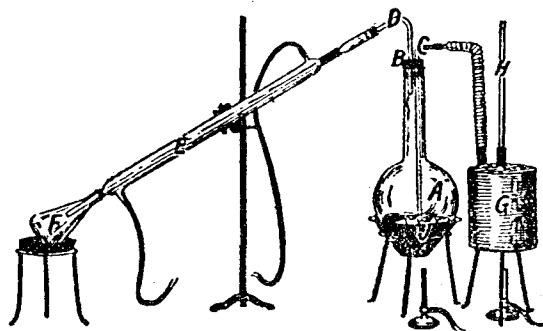


圖 22

**製法：**於 5 l. 長頸玻璃瓶 *A* 中，加入漂白粉 550 g.，用水少許混成粥狀，再加苦酸一塊。此苦酸塊之製成，係用氫氧化鈉 10 g.，加水 250 g.，於 1/2 l. 瓷蒸發皿中，在水鍋上溶解，再加苦酸 50 g.，混勻後，聽其在水鍋上緩緩冷卻凝結而成。此塊易於裝入 *A* 瓶中。苦酸塊一傾入後，*A* 瓶口即塞以雙孔橡皮塞，其一孔中須事先插導氣管 *C*；他孔

插出氣管 *D*。然後將 *D* 管連於冷卻管 *E* 上，而於冷卻管之他端，置接收器。於是由蒸汽發生器 *G*，經過導氣管 *C*，通入強烈之水蒸氣。此時 *A* 瓶中生成之氯化苦劑，即隨水蒸氣蒸餾至接收器 *F* 中。俟餾出之液體不混濁，即停止蒸餾。如蒸餾時 *A* 瓶中凝結水分太多，可於瓶下加熱，以促其蒸餾迅速。

蒸餾畢，將接收器中之水與氯化苦劑( $\text{Cl}_3\text{CNO}_2$ ) 注入 2 l. 之分液漏斗中。將上層之水分除去，取其下層盛入瓶中，加無水氯化鈣，除去其最後之水分。經夜後，濾過，即得無色不含水分之氯化苦劑矣。此後無須精製，一則因其在  $111^\circ$  時分解；二則有爆炸之虞。

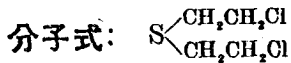
**成品：**由苦酸 50 g.，得氯化苦劑 70-75g.，約當理論上應得量之 70%。

## 第四章

### 糜爛毒氣 (Vesicants)

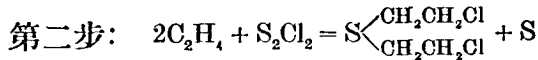
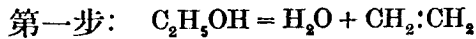
#### A. 芥子氣 (Mustard gas)

(二氯二乙硫) (Dichlorodiethylsulphide)



性質: 無色液體, 沸點  $216^\circ\text{C}$ .

變化方程式:



第一步應用之儀器(見圖 23):

1. 長 80-90 cm. 之燒爐一座, 爐中有燈 V 約二十枚。



2. Babo 氣浴斗 *D* 一枚，適合 1.5 l. 燒瓶之用。
3. 1.5 l. 蒸餾瓶 *A* 一枚。
4. 500 cc. 滴漏斗 *B* 一枚。
5. 100°C 溫度計 *C* 一枚。
6. 長 100 cm. 內徑 24 mm. 之瓷管 *P* 一枚。
7. 三口玻璃瓶 *F* 一枚，上端二口，下端一口，帶橡皮塞三枚。

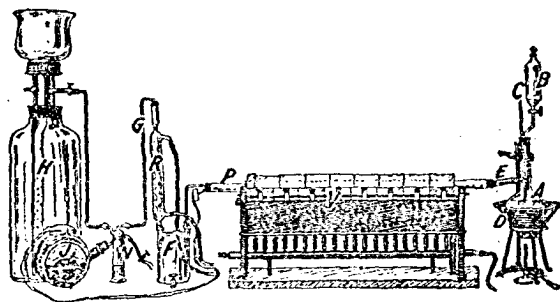


圖 23

8. 玻璃開關一枚。
9. 回流冷卻管 *R* 一枚。
10. 出氣管 *G* 一枚。
11. 容量約 20 l. 之儲氣玻璃瓶 *H* 二枚。

12. 單孔橡皮塞三枚。
13. 長 2 m. 玻管一枚。
14. 熱電池一枚。
15. 鐵架一枚,帶鐵夾一枚。
16. 高溫計 *J* 一枚。
17. 本生燈一枚。
18. 橡皮水管 2 m.

分析乙炔之儀器:

19. 亨培氏量氣管一支, /5 刻度, 容量 100 cm.
20. 水平管一枚,帶橡皮管。
21. 氣體吸收球三枚,一裝溴,一裝氫氧化鉀,一裝黃磷。
22. 洗氣瓶 *W* 一枚。

**第一步製法:** 於長 100 cm. 直徑 24 mm. 瓷管 *P* 之左端  $\frac{2}{3}$  中, 裝氧化鉛觸媒 100 g; 其他  $\frac{1}{3}$  不裝, 作預熱酒精之用。然後將其置燃燒爐 *V* 中, 管之右端與蒸餾瓶 *A* 連接。瓶口裝滴漏斗 *B* 及溫度計 *C*, 瓶下置氣浴斗 *D* 及三脚架本生燈各一。

$P$  管之他端，使其連於三口瓶  $F$  上，而三口瓶則又由洗氣瓶  $W$  連於儲氣瓶  $H$  上。燒爐之觸媒中，插高溫度計，以測定爐中之溫度。製造時，先將  $P$  管熱至  $410-430^\circ$ ，再由滴漏斗  $B$  注入酒精若干於  $A$  瓶中。瓶底加熱，使酒精化氣入  $P$  管中，遇觸媒後變為水與乙烯，達於  $F$  瓶中。水氣則於此處被回流冷卻管  $R$  凝結滴入  $F$  瓶中；乙烯氣則經過出氣管  $G$  及洗氣瓶  $W$ ，而達於儲氣瓶  $H$  中。儲氣瓶中事先裝滿淨水，乙烯通入後，水即被排出。所得之乙烯氣，可以上述之儀器分析之。此處所得者，其成分約為 97-98%。

**第一步成品：** 幾等於理論上應得量。

**第二步應用之儀器（見圖 24）：**

1. 裝乙烯之鋼瓶  $A$  一枚。
2. 測氣計  $U$  一枚。
3. 250 cm. 洗氣瓶  $B$  一枚。
4. 300-400 cm. 氣體乾燥塔  $C$  一枚。
5. 長 35 cm. 直徑 5 mm. 反應管  $R$  一枚。
6. 1 l. 燒杯  $W$  一枚，代水鍋之用。

7. 氣體導入管  $D$  一枚,帶三孔橡皮塞  $G$  一枚。
8. 溫度計  $T$  一枚。
9. 高 50 cm. 直徑 5 mm. 之廢氣洗塔  $H$  一枚,內裝賴氏圈(Raschigring)及噴水裝置。
10. 1.5 l. 容量三口玻璃瓶,兩口在上,一口在下二枚  $F_1, F_2$ , 帶橡皮塞六枚。

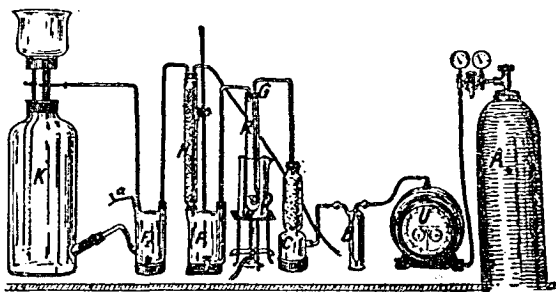


圖 24

11. 玻璃開關二枚。
  12. 20 l. 儲氣瓶  $K$  一枚,以便量廢氣之用。同樣二枚,作補充之用。
  13. 鐵架一枚,帶鐵夾一枚。
- 第二步製法:** 製造之先,須檢查原料之純度。

所用之氯化硫，不宜含過氯化物太多。其氯之成分，須以 1/10 規定硝酸銀溶液滴定之。所用之乙烯，亦應以圖 23 之儀器分析之。

此處之儀器，如圖 24 裝置齊備，並已試得全部密合後，即於反應管 *R* 中加氯化硫。裝反應管，達三分之二。管外用燒杯 *W* 作水鍋，熱至  $60^{\circ}$ ，此溫度自始至終不變。然後由乙烯鋼瓶 *A*，通入乙烯。其速度為每小時 60 l，用測氣計 *U* 量之。最初乙烯通過反應器，不經變化，即達到儲氣瓶 *K* 中。14 小時後，則被其吸收約 50% 以上；氯化硫同時分出硫黃，吸收量亦漸增至 90%。硫黃分出亦愈多，而沉於器底。為避免硫黃被通入之氣體捲起，及導氣管被堵塞之虞，宜時時將導氣管 *G* 提高數毛米(mm.)。每經半小時，須於洗氣塔 *H* 中，灑水少許，由其下之開關 *L* 處放出，以 1/10 規定氫氧化鈉溶液滴定其中所含鹽酸之分量。同時啓 *F*<sub>2</sub> 瓶上之開關 *a* 取出氣體，加以分析，視其未經變化之乙烯有若干。每半小時須記錄實在吸收之分量。通入至十小時後，則氯化硫完全變化，通入乙

烯之量，等於通出之量。然後將反應器中之物質，置之經夜，以摺濾紙濾過硫黃。所得之芥子氣，為黃色油狀液體，含純粹之芥子氣 70-85%

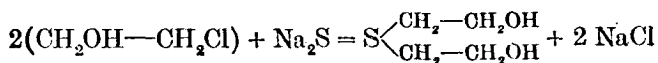
**第二步成品：**當理論上應得量之 80-90%。

### 又 法

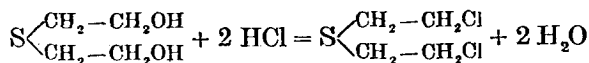
**變化方程式：**



第二步：



第三步：



**第一步應用之儀器（見圖 25）：**

1. 反應器一套，包括長 55 cm. 高 5 cm. 之玻璃筒 *A*，導氣管 *D*<sub>1</sub>，*D*<sub>2</sub>，八層葉瓣之混拌器 *R*，流出管 *U*，添水橡皮管 *W*，水銀封閉關節 *Q*，及三孔橡皮塞皮 *G*。

2. 5 l. 厚玻璃筒 *S* 一枚。

3. 鐵架一枚，帶冷卻管夾各一枚。
  4. 量氣氣計  $O_1$  一枚 (每小時氣流 0-20 l. 者)。
  5. 量乙烯計  $O_2$  一枚 (每小時氣流 0-20 l. 者)。
  6. 250 ccm. 之洗氣瓶  $F_1, F_2$  二枚。
  7. 三口瓶  $C$  一枚，二口  $T_1, T_2$  在上，一口  $T_3$  在下，帶橡皮塞三枚，及出氣玻管  $B$  一枚。
  8. 溫度計一枚。
  9. 氯氣鋼瓶一枚。
  10. 乙烯鋼瓶一枚。
  11. 氯化鈣乾燥塔  $E_1$  一枚，供氯氣用。
  12. 氯化鈣乾燥塔  $E_2$  一枚，供乙烯用。
- 精製時應用之儀器 (見圖 26):
13. 長 1.5 m. 直徑 40 mm. 之精餾柱  $K$  一枚，內裝玻璃球或片。
  14. 分餾柱  $L$  一枚。
  15. 160°C. 溫度計  $Th$  一枚。
  16. 鐵架三枚，帶冷卻管夾三枚，鐵夾一枚。

17. 鐵三脚架一枚，帶鐵絲網  $D$ 。
18. 本生燈  $B$  一枚。
19. 100 ccm. 量筒二枚。
20. 橡皮水管 2 m.
21. 長 60 cm. 冷卻管  $C$  一枚。
22. 1 l. 圓底燒瓶  $R$  一枚。

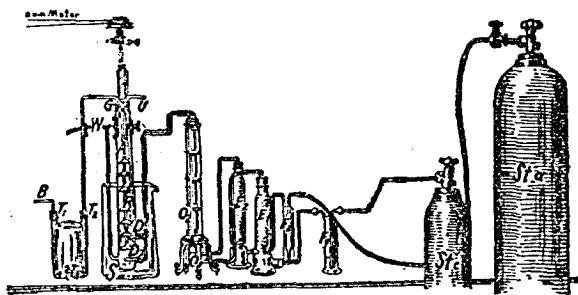


圖 25

**第一步製法：**此處應用之乙烯及氯，最好由鋼瓶中放出。所用之反應器(見圖 25)，包括玻璃筒  $A$  旋轉混拌器  $R$  (每分鐘轉 200-250 次)，流出管  $U$ ，入水管  $W$ ，導氣管  $D_1, D_2$ ，水銀封閉關節  $Q$ ，及三孔橡皮塞；如圖裝置。導氣管  $D_1, D_2$  幾插到  $A$  器之底，二管高度，相差約 8 cm.。  $A$  器中先裝水至



高 46 cm. (用水約 1 l.)，然後由氯氣鋼瓶中通入氯氣 (以在  $8^{\circ}\text{C}$ . 時爲佳)。此氯氣先經盛濃硫酸之洗瓶  $F_1$ ，次經氯化鈣塔  $E_1$ ，再經量氣計  $O_1$ ，入於  $A$  器中。至  $A$  器中之水，經氯氣飽和後 (約費時 20-30 分鐘；每 1 水中應含  $\text{Cl}$  7-8 g.)，由乙烯鋼瓶中通乙烯於  $A$  器中。乙烯亦先經過盛硫酸之洗氣瓶  $F_2$ ，次經氯化鈣乾燥塔  $E_2$ ，及量氣計  $O_2$ 。二氣即在旋轉混拌器旋動之下，發生變化。此時  $A$  器中之溫度，以  $2^{\circ}$ - $8^{\circ}$  爲宜。氯氣流之速度，應爲每小時 10 l。乙烯氣流之速度，應爲每小時 8 l。

在旋轉與冷卻下，兩種氣體依上述之速度，通 14 小時，即得出 8-9% 之氯乙醇 (Glycolchlorohydrin) 溶液。其比重爲 1.040，沉於器底，可用虹吸由器底取出。至器底沉降之溶液，達到上述濃度後，則製造可以連續進行矣。即於每二秒鐘，由添水管加水一滴於  $A$  器中，同時於每二秒鐘，由  $A$  器底用虹吸取出一滴。如是每小時可得 60-70 cc.，其濃度爲 8-9%。

**成品：**當理論上應得量之 17-18%，以乙烯爲

計算標準。

至精餾氣乙醇，則須利用圖 26 所示之儀器。於 1 l. 圓底燒瓶 *R* 中，注入待精餾之氣乙醇 800 ccm.，用燒乾之碳酸鈉中和（約用  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  30-50 g.），再加  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  50 g. 於瓶口裝精餾柱 *K* 及分餾柱 *L* 與溫度計 *Th*。分餾柱下，接一冷卻管 *C*，其下置一量筒 *M*，作接收器之用。蒸餾時

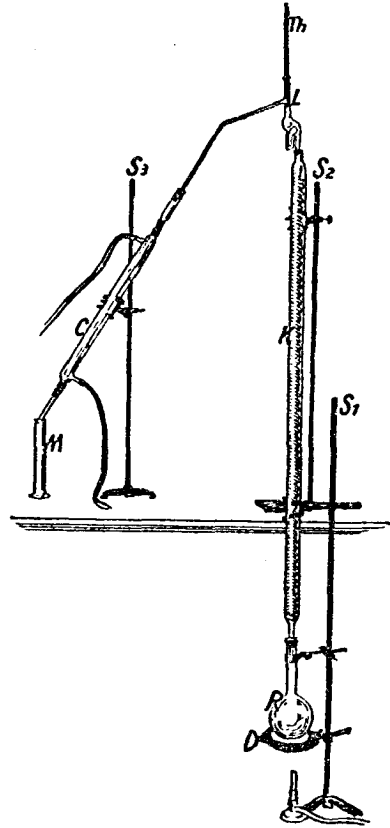


圖 26

於 *R* 瓶下加熱  $90^{\circ}$ - $100^{\circ}$ ，先蒸餾約 100ccm.

**第一步成品：**此 100 ccm. 中約含氣乙醇 32-35%，以後餾出之液體，僅含 10-12% 須再精餾之。

**第二步應用之儀器：**

1. 1 l. 圓底燒瓶一枚。
2. 長 60 cm. 之回流冷卻管一枚。
3. 中號水鍋一枚。
4. 鐵三腳架一枚。
5. 本生燈一枚。
6. 鐵架二枚，帶冷卻管夾一枚，鐵夾一枚，  
鐵圈一枚。
7. 橡皮水管 2 m.
8. 1.5 l. 真空蒸餾瓶一枚。
9. 1 l. 蒸餾瓶二枚。
10. 單孔橡皮塞三枚。
11. 150°C. 溫度計一枚。
12. 水銀氣壓計一枚。
13. 耐真空橡皮管 2 m.
14. 三路開關一枚。
15. 抽水唧管一枚。
16. 1/2 l. 吸濾瓶一枚。
17. 直徑 12 cm. 之吸濾漏斗一枚。

**第二步製法：**於 1 l. 之圓底燒瓶中，加入 32-35% 氯乙醇 400 cc. 再加結晶硫化鈉 (30-32%  $\text{Na}_2\text{S}$ ) 200g. 瓶口裝回流冷卻管，瓶下用水鍋加熱，隨熱隨搖，一小時後，聽其冷卻。加濃硫酸恰使中和(約用 5-8 cc. 以藍試紙試驗之)。然後將液體中之水分，用真空蒸餾法除去。(水分在 30 mm 氣壓下，於 30-50° 之間蒸出。其蒸餾裝置，類似圖 15，惟此處之接收器爲一蒸餾瓶而已。) 水分蒸出後，圓底燒瓶外用冷水冷卻，使副產物  $\text{NaCl}$  及  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  沉澱，再用吸濾斗除去之。濾下之油狀液體，即爲硫二乙二醇(oxol)  $[\text{S}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})_2]$ 。

**第二步成品：**400 cc. 氯乙醇得硫二乙二醇 90 g.，當理論上應得量之 93%。

**第三步應用之儀器：**

1. 500 cc. 圓底燒瓶一枚，帶三孔橡皮塞一枚。
2. 150°C. 溫度計一枚。
3. 30 cm. 回流冷卻管一枚。
4. 鐵三腳架一枚，帶鐵絲網一片。

5. 鐵架一枚，帶冷卻管夾，鐵夾及大鐵圈各一枚。
6. 500 cc. 分液漏斗一枚。
7. 本生燈一枚。
8. 1.5l. 蒸餾瓶一枚，供發生 HCl 之用。
9. 洗氣瓶一枚。
10. 直徑 12 cm. 之漏斗一枚，帶摺濾紙。

**第三步製法：**於 500 cc. 之大口圓底燒瓶中，加硫二乙二醇 122 g.，濃鹽酸 50 cc.。塞以三孔橡皮塞，一孔中插入導氣玻管，達於瓶底；一孔中插溫度計；一孔中插彎管，以與冷卻管連接。加熱圓底燒瓶下，至  $60^{\circ}$ - $70^{\circ}$ 。同時由 HCl 發生器中，經導氣管通入強烈之 HCl 氣體（此氣由 NaCl 與  $H_2SO_4$  作用而成）。一二小時後，反應告終。冷卻後加水 100 cc. 稀釋之，芥子氣即成油狀液體沉落瓶底。用分液漏斗使其與鹽酸液分開，以無水氯化鈣乾燥，用摺濾紙濾過。至其餘一小部分，尚存於鹽水液中，如欲取得之，則將鹽水於分液漏斗中，三次加  $CCl_4$  提出，蒸去  $CCl_4$ ，即得芥子氣。

**第三步成品：** 137 g., 當理論上應得量之 86.2 %。

**應具之防護：** 須在毒氣窗下小心工作，須戴面具與橡皮手套。噴落皮膚上時，即用漂白粉抹擦，遇芥子氣之氣體，即吸  $\text{NH}_3$ 。桌上與用器上之芥子氣，事後須用熱  $\text{NaOH}$  溶液或漂白粉消除之。

## B. 路易毒劑 (Lewisite)

[三氯化乙烯砷](Chlorovinylarsine)

**分子式：**  $\text{CHCl:CHAsCl}_2$  (lewisite I)

$\begin{array}{l} \text{CHCl:CH} \\ \text{CHCl:CH} \end{array} \text{AsCl}$  (lewisite II)

$(\text{CHCl:CH})_3\text{As}$  (lewisite III)

**性質：** 無色液體，遇空氣不久即變綠色。沸點：lewisite I  $93^\circ$  (在 26 mm. 氣壓下)；lewisite II  $130^\circ$  (在 26 mm. 氣壓下)；lewisite III  $150^\circ$  (在 26 mm. 氣壓下)。

**變化方程式：** 由乙炔及氯化砷按下式製成。三種在變化時同時生成，故所得之結果為三者之混合物。

1.  $\text{CH}\equiv\text{CH} + \text{AsCl}_3 = \text{CHCl}:\text{CHAsCl}_2$
2.  $2 \text{CH}\equiv\text{CH} + \text{AsCl}_3 = (\text{CHCl}:\text{CH})_2\text{AsCl}$
3.  $3 \text{CH}\equiv\text{CH} + \text{AsCl}_3 = (\text{CHCl}:\text{CH})_3\text{As}$

應用之儀器 (見圖 27, 28, 29):

1. 500 ccm. 容量之三口瓶 *A* 一枚, 帶橡皮栓三枚。
2. 水銀封閉關節 *B* 一枚, 帶搖混器一枚。
3. 360°C. 溫度計 (圖 27 *C* 及圖 29 *G*) 一枚。
4. 入氣玻管 (圖 27 *D*) 一枚。
5. 出氣玻管 (圖 27 *E*) 一枚。
6. 測氣計 (圖 27 *F*) 一枚。
7. 250 ccm. 洗氣瓶  $G_1-G_5$  五枚。
8. 水鍋 (圖 27 *W*) 一枚。
9. 乙炔鋼瓶 (圖 27 *S*) 一枚。
10. 500 ccm. 之氯化鈣乾燥塔 (圖 27 *H*) 一枚。
11. 20 l. 之三口瓶 (圖 27 *J*) 一枚, 作儲氣瓶之用。
12. 鐵架一枚, 帶鐵夾三枚。
13. 1/10 PS 電動機 (圖 27 *K* 及圖 28 *C*) 一具。

14. 轉盤(圖 27 L 及圖 28 D) 一枚。
15. 5 l. 之玻璃缸(圖 28 A) 一枚。
16. 玻璃旋轉器(圖 28 B) 一枚。
17. 2 l. 之分液漏斗一枚。
18. 油鍋(圖 29 A) 一枚。
19. 本生燈(圖 29 B) 一枚。
20. 鐵架二枚,帶鐵夾二枚,大鐵圈一枚。
21. 真空蒸餾瓶(圖 29 C) 一枚,另備一枚作補充之用。
22. 500 ccm. 之蒸餾瓶(圖 29 D)一枚,另備二枚作補充接收器之用。
23. 水力抽氣管一枚。
24. 氣壓計(圖 29 E) 一枚。
25. 吸濾瓶(圖 29 F) 一枚。
26. 耐真空橡皮管 2 m.
27. 毛細玻管(用玻管拉成一端極細之毛細管)(圖 29 J)。

製法: 於水鍋(圖 27 W)中之反應瓶 A 內,加氯化砷 500 g. 及無水氯化鋁 80 g. A 瓶之中口內,



裝旋轉器，用水銀封閉關節，以防洩氣。 $A$  瓶之左側口內，插導氣管，以便通入乙炔。 $A$  瓶之右口內，插出氣管，以便將來未經變化之乙炔通入儲氣瓶中。然後由乙炔鋼瓶  $S$  中，放出乙炔，使其先經過量氣計  $F$ ，次經過四種洗瓶  $G_1, G_2, G_3, G_4$ ，一盛氫氧化鈉溶液，一盛一硫代硫酸鈉溶液，一盛鉻酸，

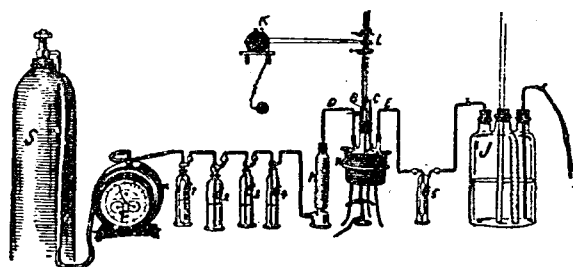


圖 27

一盛濃硫酸。再次經過鈉石灰塔  $H$ ，方使其達到反應瓶  $A$  中。未經變化之氣體，則由出氣管  $E$  經過盛水之洗氣瓶  $G_5$ ，達到儲氣瓶  $J$  中。乙炔通入之速度，每小時應為 30 l.-35 l.。於反應瓶中，在迅速轉動下，與氯化砷發生變化。此時溫度自動上昇達  $40^{\circ}$ - $60^{\circ}$ 。俟達到此項溫度後，切不可再使其增高，否則起反作用而分出大量之乙炔，可發生爆

炸之事。

5-6 小時變化告終。約通入乙炔160-180 l。所得之物質為三種路易毒劑之混合物，尚須在混拌下，傾入盛鹽酸(濃鹽酸 500 g. 冰塊 300 g.)之玻璃缸(圖 28A)中，繼續混拌半小時後，以便將剩餘之氯化鋁溶解，以後再如法洗淨一次，

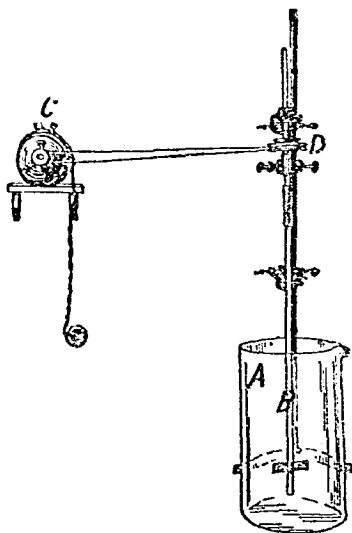


圖 28

以免含有氯化鋁之痕跡，以防於蒸餾時發生爆炸之事。路易毒劑為棕色油狀物質，沉於缸底，可以分液漏斗與上層之水溶液分開。又因氯化鋁不易溶解，最好放置數小時然後分開。

棕色之油，於分開後，注入真空蒸餾瓶(圖 29 C)中，加溫度計 G，毛細管(圖 29 J)及油鍋(圖 29 A)，加熱分餾之。餾過之物質分四份接收之。

1. 1-60°, 2. 60-100°, 3. 100-130°, 4. 130°  
以上。均在 20-22 mm. 氣壓時行之。第一份餾  
出物質中含  $\text{AsCl}_3$ , 第二份餾出物質為甲種路易毒  
劑 (lewisite I), 第三份為乙種路易毒劑 (lewisite II),  
第四份為丙種路易毒劑 (lewisite III)。

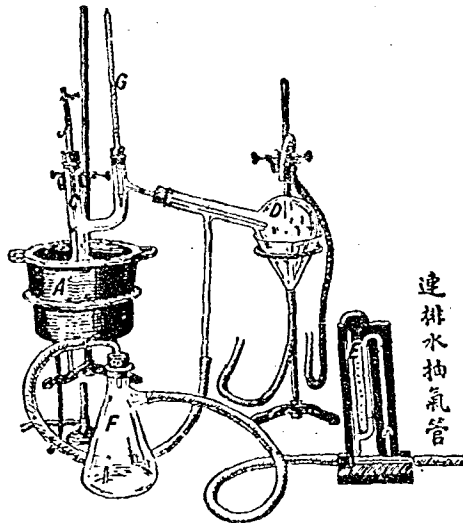


圖 29

成品：混合物 444 g., 分餾所得之物質如下：

$\text{AsCl}_3$ , 55 g.;

lewisite I 79 g., 38%, 以氧化砷為計算標準;

lewisite II 125 g., 53.7%, 以氧化砷為計算標準;  
lewisite III 185 g., 71.4%, 以氧化砷為計算標準;  
殘渣 7 g.

應具之防護法：此物之性質與芥子氣頗同，  
故工作時防禦之法亦同。

## 第五章

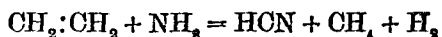
### 毒血與毒神經毒氣

#### A. 氫氰酸 (Hydrocyanic acid; Prussic acid)

分子式:  $\text{H}-\text{C}\equiv\text{N}$

性質: 極易揮發之液體, 沸點  $26.5^{\circ}\text{C}.$

變化方程式:



應用之儀器 (見圖 30 *a* 及 *b*)

1. 乙炔鋼瓶  $Sb_1$  一枚, 帶精細旋轉活門。
2. 氨鋼瓶  $Sb_2$  一枚, 帶精細旋轉活門。
3. 量氣計  $R_1, R_2$  二枚, 每小時為 1-20 l. 者。
4. 氣體壓力測量管  $G_1, G_2$  二枚。

5. 數氣泡瓶  $B_1, B_2$  二枚。
6. 洗氣瓶  $C_1, C_2, C_3$  三枚。
7. 裝活性炭之吸收管一枚(圖上不可見)。
8. 5 l. 之三口瓶  $W$  一枚。
9. U 形氯化鈣乾燥管  $L$  一枚。
10. 燃燒爐  $V$  一座。
11. 瓷燒管  $O$  一枚。
12. 高溫計  $Y$  一套。
13. 觸媒 200 g. (燒過之氧化鋁)。
14. 丁形玻璃管  $T_1$  一枚。

以下見圖 30 b:

15. 丁形玻璃管  $T_2$  一枚。
16. 雙丁形玻璃管一枚。
17. 10 球玻璃管  $P_1, P_2$  二枚。
18. 帶球錐瓶  $X$  一枚。
19. 冷凝接收管二枚(在保溫器  $D_1$  及  $D_2$  中)。
20. 保溫器  $D_1, D_2$  二枚。
21. 燒杯  $E_1, E_2$  二枚, 中裝木絲。
22. 鈉石灰塔  $N$  一枚。

23. 螺絲夾 10 枚。  
 24. 橡皮塞 12 枚。  
 25. 橡皮連接管 40 枚。

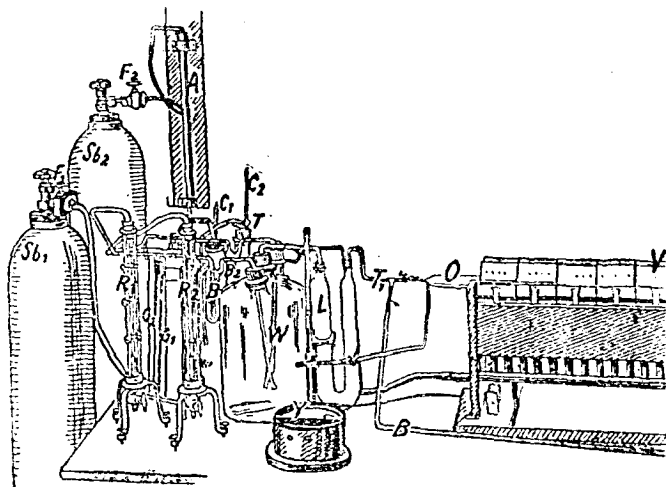


圖 30 a

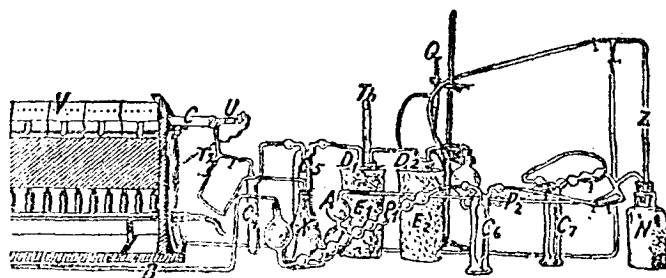


圖 30 b

26. 橡皮管 5 m.
27. 玻璃管 8 m., 供各關節連合之用。
28. 低溫溫度計  $T_h$  0 至  $-40^{\circ}\text{C}$ . 一枚。
29. 厚 5 mm. 之石棉板  $1\text{ m.}^2$ 。
30. 鐵架三枚, 帶鐵夾六枚。
31. 洗氣瓶  $C_1, C_5, C_6, C_7$  四枚。
32. 石棉粉 50 g., 水玻璃 200 g.

製法: 此試驗之全部裝置, 可於圖 30 *a* 及 *b* 見之。 *a* 與 *b* 應啣接, 因篇幅限制, 故於燃燒爐處拆開, 畫成兩部, 其內容分八段說明之。

I. 乙炔鋼瓶  $Sb_1$  之活門  $F_1$  口上, 連一 50 cc. 之吸收玻管, 內裝活性炭。 吸收管之他端, 與三個洗瓶  $C_1, C_2, C_3$  次第連接, 洗瓶中裝 85% 之硫酸。 由最後洗瓶之出口處, 接量氣計  $R_1$ 。 量氣計之他端, 接於氣體壓力測量管  $G_1$  上, 管中裝水, 以校準氣壓與乙炔之速度。 氣體壓力測量管  $G_1$ , 又接於數氣泡瓶  $B_1$  上, 由上升氣泡之數, 以知乙炔之速度。 乙炔經數氣泡瓶, 由中口達於 5 l. 之三口瓶 *W* 中。



II. 盛氮鋼瓶  $Sb_2$  之活門  $F_1$  上, 裝橡皮管, 以與量氣計  $R_2$  連接。由此通氣壓管  $G_2$ , 再通數氣泡瓶  $B_2$ , 而由三口瓶之第二口中, 進入三口瓶  $W$  內。此處之導入管, 亦應達三口瓶之中心, 而兩種氣體, 於此處混勻。

III. 由三口瓶  $W$  之第三口中, 用玻璃管連一 U 形氯化鈣乾燥管  $L$ , 以便乾燥混合氣之用。U 形管之他端, 接 T 形管  $T_1$ 。

IV. T 形管尚餘出口二個, 於其第一出口上, 接軟橡皮管一段, 再接長 1.5 m. 玻管  $B$  一枚。橡皮管上, 加螺絲夾。玻管  $B$  之他端, 通十球管  $P_1$ , 再通洗氣瓶  $C_1$ , 二者均裝稀硫酸。此處之吸收裝置, 係供測驗所用氮量之用。

V. T 形管其他之一出口, 上連橡皮管一段, 再接於反應管  $O$  上。橡皮管上, 加螺絲夾。反應管係一長 1m., 直徑 28 mm. 之瓷管, 臥於燃燒爐  $V$  中。管內 80 cm. 裝氧化鋁觸媒, 觸媒之中, 插高溫計之鉑鉍絲。此絲之兩極, 由反應管口之橡皮塞中穿出, 連於高溫計  $Y$  上。燃燒爐可用煤氣

或電熱之。惟其溫度必須易於調節。反應管  $O$  之他端,另接一丁形管  $T_2$ ,用石棉粉和水玻璃與  $O$  管封密。

VI. 此丁形管  $T_2$ ,又有二出口。於其第一出口,接橡皮管,加螺絲夾,再接 30 cm. 玻管,通盛氫氧化鈉溶液之帶球錐瓶  $X$  中。錐瓶之出口  $A$ , 通出廢氣管。

VII. 丁形管  $T_2$  之第二出口,亦裝橡皮管一段,加以螺絲夾,再接空洗氣瓶  $C_4$ 。此瓶又連一盛 85 % 硫酸之洗氣瓶  $C_5$ , 由此再通入氫氰酸冷凝裝置中。此冷凝裝置之組成,係由冷凝管二枚(圖中不可見),各放入一保溫瓶  $D_1, D_2$  中。保溫瓶四週圍木絲,又各放入燒杯  $E_1, E_2$ , 中。保溫瓶內加固體碳酸及酒精作寒劑,使瓶中溫度永在  $-15^{\circ}$  至  $-25^{\circ}$  之間。碳酸消耗,務須陸續添加。氫氰酸經冷凝裝置後,達另一帶球錐瓶  $P_2$ , 再通盛氫氧化鈉之洗氣瓶,而入出廢氣管中。

VIII. 三個洗氣瓶  $C_4, X, C_7$  之末端,均通廢氣導出管,各個出口,均有橡皮管及螺絲夾,可以隨

時啓閉。導出廢氣總管  $Z$ ，通盛鈉石灰之玻璃塔  $N$ ，由此再用橡皮管通於火焰上燒之。廢氣可於此處燒盡，應生成無色之火焰。

第四段所述之丁形管  $T_1$ ，係供測驗混和氣中氨之用。測定時，使混合氣通入裝稀硫酸之部分，片刻(須計準若干分鐘)氨即被硫酸吸收。

第六段所述  $T_2$  管之分叉，供爐中生出之氣入於盛氫氧化鈉溶液之洗氣瓶，以消除其毒性之用。

第七段所述之  $T_2$  之分叉，係供測定未經變化之氨之用。可由 85% 硫酸之洗氣瓶  $C_1$  吸收之。

測定生成氫氰酸之量，第一由二枚冷凝管(在  $D_1$ ,  $D_2$  中，圖上不可見)增加之重量，第二由盛氫氧化鈉之十球管  $P_2$  及洗氣瓶  $C_1$  吸收之數量定之。

實行製造時，先將儀器按上圖裝置齊備，然後由開轉鋼瓶  $sb_1$  及  $sb_2$  上之活門  $F_1$  及  $F_2$ ，使兩量氣計上指示之速度相等，以便通過等量之氨及乙烯。再經氣體壓力測量管  $G_1$  及  $G_2$  及數氣泡瓶  $B_1$  及  $B_2$ ，以校準氣流相等與否。二氣於  $W$  瓶混合後，入 U 形氯化鈣乾燥管  $L$ ，由此處之二個螺絲

夾，可使混合氣體通過氮之測定裝置，或氫氰酸測定裝置。

測定氮時，使混合氣通過十球管  $P_1$  洗氣瓶  $C_1$ 。二者均預先加入已知量之稀硫酸，氮於此處被硫酸中和，其剩餘之酸，用滴定法測定。由中和所用之酸量，便可算得氮之分量矣。其未被硫酸吸收之氣體，則由廢氣導出管引出。

待混合氣通入氮之吸收器達一定之時間以後，即行停止，使其轉通入於已熱至  $800^\circ$  之反應管  $O$  中。反應管中生成之氣體，先使其經過帶球錐瓶  $X$ ，瓶中裝四倍規定量之氫氧化鈉溶液，其未被吸收之氣體，則經廢氣管引出。

通過相當時間，至反應管中之空氣全被驅出，而反應管之受熱亦常為  $800^\circ$  時，即停止通過帶球錐瓶  $X$ ，而使生成之氫氰酸及未變化之氣體，先經過空洗氣瓶  $C_1$ ，次經盛已知量之 85% 硫酸之洗瓶  $C_2$ ，此處可將未經變化之氮吸收，並將氰化銨分解。由滴定法可知所用去硫酸之量，而算得未經變化之氮量。再次達到冷凝管中，此管各裝於盛寒

劑之保溫瓶  $D_1$ ,  $D_2$  中, 其中之溫度永在  $-15^\circ$  至  $-25^\circ$  之間。大部氫氰酸即於此中變為液體, 存留其極小部, 經十球管  $P_2$  及洗氣瓶  $C_7$ , 被其中四倍規定量之氫氧化鈉所吸收, 並經廢氣導出管  $Z$  引出。

欲其製造停止, 可於一二小時後, 使氣體復通過帶球錐瓶  $X$ , 而停止通入反應管  $O$  中。同時將燒爐  $V$  之火焰轉小數枚, 聽其冷卻。待燒爐漸冷後, 可將鋼瓶  $Sb_1$ ,  $Sb_2$  上之開關  $F_1$ ,  $F_2$  關緊。

在燒爐冷卻時, 取開冷凝管。管之出入口, 即用橡皮管插玻棒封閉而秤之。秤畢, 將其連於盛氫氧化鈉溶液之洗瓶上, 而由冷凝管之他端, 吹入空氣, 使其中之氫氰酸餾入洗瓶中, 被氫氧化鋁中和(此工作必在最好之毒氣窗下行之)。用硝酸銀溶液可以滴定其含氫氰酸之量。至未被冷凝之氫氰酸, 則被十球管  $P_2$  及洗氣瓶  $C_7$  中之氫氧化鈉所吸收。以抽氣機吸取其一部(不可用口!), 以 1/10 規定量之硝酸銀溶液, 加少許碘化鉀及氨水作指示劑而滴定之。

氨氣之總量，一方由量氣計測定，一方由十球管  $P_1$  及洗氣瓶  $C_1$  吸收後之滴定試得。至未經變化之氨，又由洗氣瓶  $C_2$  吸收後，經滴定試得總量，減去未經變化之量，即為實用於變化之量矣。由此氨之用量，以計算應得氫氰酸之量。至實得氫氰酸之量，則一方由冷凝器增加之重量，一方由十球管  $P_2$  及洗氣瓶  $C_2$  中所吸收之量經滴定得之。二者相加，為實得氫氰酸之量。

**成品：**成品多少，視混合氣體通過觸媒之時間長短與觸媒之多寡而定。此處觸媒長 75 cm.，直徑 28 mm.。若混合氣之速度，為每小時 5 l.，其結果最佳所得，約為理論上應得量之 75%。

**應具之防護：**以此法製造氫氰酸，其生成之氫氰酸極濃，更須特別注意，勿使中毒為要。工作時必片刻不離防毒面具，面具上并用專門防禦氫氰酸之濾毒罐。如遇冷凝管外之溫度過低，以致氫氰酸變為固體，將冷凝管口杜塞，則須使混合氣體由叉路使其通過帶球錐瓶  $X$ ，俟其通暢，方再令其通入冷凝管中。

## B. 氯化氰 (Chlorocyanogen)

分子式:  $\text{CNCl}$

性質: 無色刺鼻液體, 沸點  $15.5^{\circ}\text{C}$ 。

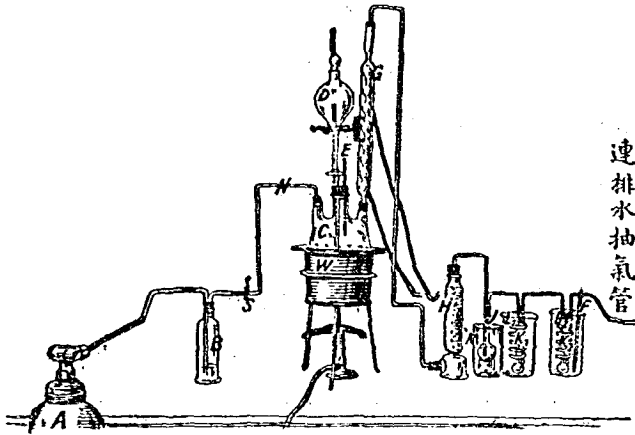
變化方程式: 由氰與氯化鉀依下列變化式製成:

$$\text{KCN} + \text{Cl}_2 = \text{KCl} + \text{CNCl}$$

應用之儀器(見圖 31):

1. 氯氣鋼瓶  $A$  一枚。
2. 洗氣瓶  $B$  一枚。
3. 三口瓶容量 2 l.  $C$  一枚, 帶橡皮塞三枚。
4. 150 ccm. 之滴漏斗  $D$  一枚。
5.  $100^{\circ}\text{C}$ . 溫度計  $E$  一枚。
6.  $-30^{\circ}$  至  $+30^{\circ}\text{C}$ . 溫度計  $F$  一枚。
7. 長 50 cm. 球冷卻管  $G$  一枚。
8. 100 ccm. 圓底燒瓶  $J$  一枚。帶橡皮塞。
9. 特製之螺旋冷凝管  $K_1$  及  $K_2$  二枚。
10. 1 l. 之燒杯  $L_1$  及  $L_2$  二枚。
11. 250 ccm. 之燒杯  $M$  一枚。
12. 排水抽氣管一枚。

13. 直徑 8 mm 之玻管 3 m.
14. 直徑 6 mm 之玻管 1/2 m.
15. 耐壓橡皮管 2 m.
16. 橡皮水管 3 m.
17. 鐵架一枚,帶冷卻管夾。
18. 鐵三腳架一枚。



—圖 31

19. 水鍋 *W* 一枚。
20. 本生燈一枚。
21. 螺絲夾 *S* 一枚。

製法：於 2 l. 之三口瓶 *C* 上,裝導氣管 *N*, 達



於瓶底，滴漏斗 *D*，溫度計 *E* 及回流冷卻管 *G*。於瓶中加入硫酸鋅 10 g，水 800 g。硫酸鋅溶解後，加冰塊 200 g。三口瓶如此裝置齊備，即放於冷水鍋 *W* 上，而於滴漏斗 *D* 中，裝入 KCN 33 g，加水 100 g 之溶液。然後由氯氣瓶放出強烈之氯氣流，經盛硫酸之洗氣瓶 *B*，及導氣管 *N*，達三口瓶中之溶液內。同時由滴漏斗 *D* 中，滴入氰化鉀之溶液，僅使三口瓶中之溶液略微渾濁。氣體經回流冷卻管 *G*，氯化鈣乾燥塔 *H*，及 100 cc. 之圓底瓶 *J*，達到螺旋冷凝管 *K*<sub>1</sub>，*K*<sub>2</sub> 中。此冷凝管外用燒杯裝雪及食鹽冷至  $-15^{\circ}$  至  $-20^{\circ}$  最後之冷凝管 *K*<sub>2</sub> 上，連排水抽氣管，此時並不抽動。

待氰化鉀之溶液滴完，而三口瓶中之液體亦變澄清，即停止通過氣。由導氣管 *N* 及洗氣瓶 *B* 處拆開，利用抽氣管由 *N* 管抽入空氣，至剩餘之氯氣全由瓶中抽出為止。

旋將導氣管用螺絲夾 *S* 關閉，停止抽氣，而於水鍋 *W* 下緩緩加熱。回流冷卻管 *G* 中水之溫度，應恆為  $20^{\circ}$ - $30^{\circ}$ 。三口瓶內溫度，升至  $70^{\circ}$  時，發生

氯化氰最烈。待升至約  $90^{\circ}$ ，即行停止。C 瓶中尚存最後一點氯化氰氣，則又用抽氣管，由導氣管 N 抽入空氣以驅出之，在冷凝管 K 處凝結為液體氯化氰。

成品：70-80%，以氰化鉀為計算標準。

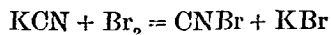
應具之防護：因氯化氰為性極毒，其作用與氫氰酸相等，故工作時須特別留意，時刻均須戴面具，並用防止氫氰酸之濾毒罐；其他濾毒罐對此毒氣之防禦力甚弱，不能持久。

### C. 溴化氰 (Bromocyanogen)

分子式：CNBr

性質：純白針狀結晶體，熔點  $52^{\circ}$ ，沸點  $61^{\circ}$ ，較氯化氰之刺激性略弱。其氣體侵害皮膚。加熱或遇空氣，析出溴，變黃色。

變化方程式：



應用之儀器（見圖 32 及 33）：

1. 1.1 三口瓶（圖 32 A）一枚，帶橡皮塞三枚。

2. 混拌棒(圖 32 B)一枚,帶水銀封閉關節。
3. 電動機(圖 32 C)一枚,帶阻力器。
4. 移轉盤(圖 32 D)一枚。
5.  $-10^{\circ}$  至  $100^{\circ}\text{C}$ . 之溫度計(圖 32 E)一枚。
6. 回流冷卻管(圖 32 F)一枚,帶軟木塞。
7. 滴漏斗(圖 32 G)一枚,其尾管約 60 cm., 直徑約 4 mm.。

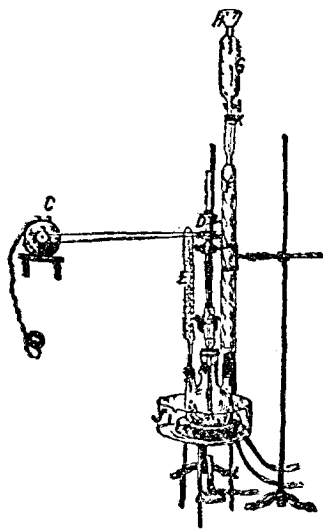


圖 32

8. 直徑 5 cm. 之漏斗(圖 32 H)一枚。

9. 直徑 25 cm. 之結晶皿(圖 32 *J*)一枚。
10. 直徑 10 cm. 軟木圈(圖 32 *K*)一枚。
11. 鐵三腳架(圖 32 *L*)一枚。

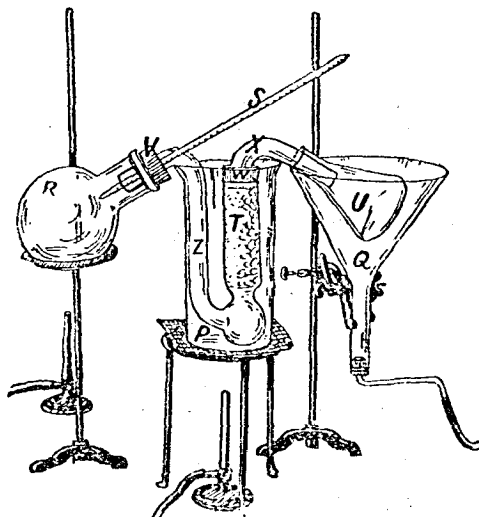


圖 33

12. 鐵架一枚,帶冷卻管夾一枚,及鐵夾四枚。
13. 橡皮水管 3 m.

特製之溴化氰蒸餾器,裝置見圖 33:

14. 1 l. 短頸圓底燒瓶 *R* 一枚,帶軟木塞一枚。

15. U形氣體乾燥管  $T$  一枚，帶軟木塞一枚。
16. 300 ccm. 錐瓶  $N$  一枚，
17. 2 l. 燒杯  $P$  一枚。
18. 直徑 20 cm. 漏斗  $Q$  一枚，帶橡皮塞。
19.  $0^{\circ}-100^{\circ}\text{C}$ . 溫度計  $S$  一枚。
20. 鐵架二枚，帶鐵夾一枚，冷卻管夾一枚，鐵圈一枚。
21. 鐵三腳架一枚，帶銅絲網一片。
22. 本生燈二枚。

製法：於三口瓶  $A$  中，裝溴 450 g.，加水 50 g. 於溴之表面上。置三口瓶於大結晶皿  $J$  中，皿內裝雪與食鹽作寒劑。三口瓶之三口中，按圖分插溫度計  $E$ ，回流冷卻管  $F$ ，及混拌棒，帶水銀封閉關節  $D$ 。回流冷卻管  $F$  上，鬆裝滴漏斗  $G$ ，其尾管伸入三口瓶中。（在軟木塞上刻一小溝，不至使冷卻管閉塞。）滴漏斗  $G$  中，盛 KCN 190 g. 加  $\text{H}_2\text{O}$  400 g. 之溶液。

待瓶中溴液冷至零度時，即使混拌棒  $B$  激動，開始滴氰化鉀溶液於溴液中。滴下之速度，務須

均勻，使 *A* 瓶中之溫度不得超過  $20^{\circ}$  爲要。氰化鉀溶液滴完後，*A* 瓶中變爲粥狀，其組成爲溴化氰之結晶與溴化鉀之溶液及溴化鉀結晶。因溴化氰亦較易溶解，故不可以濾過法與溴化鉀分開；否則一部溶解於濾液中，損失甚大。且濾過之溴化氰結晶，易於揮發，製乾不便，故宜用蒸餾法提出之。

將 *A* 瓶中之粥狀物質，傾入 1 l. 之短頸燒瓶（圖 33 *R*）中。在此直接加熱蒸餾之（見圖 33 之裝置）。蒸出之氣體，先達到 U 形管 *T*，其外用燒杯加水熱至  $70-80^{\circ}$ 。蒸出之水氣，即存留於此管中，溴化氰則經過乾燥管達到錐瓶 *U* 中，錐瓶之外用漏斗 *Q* 盛雪與食鹽冷卻之。

**成品：** 90-95%，以溴爲計算標準。

**應具之防護：** 製造溴化氰時，亦應如製氫氰酸時，配戴面具及在毒氣窗下工作，不得稍加忽略。又此氣更具侵害皮膚之力，尙須戴橡皮手套以防禦之。



中華民國二十三年八月初版

毒氣製備實驗法 一冊

Darstellungsvorschriften für

Ultragifte

每冊定價大洋柒角

外埠酌加運費匯費

原著者

DR. HUGO STOLTZENBERG

譯述者

軍政部兵工研究委員會專任委員 張郁嵐

校閱者

軍政部兵工署理化研究所所長 吳欽烈

出版者

國立編譯館

發行人

王雲五

印刷所

商務印書館

發行所

商務印書館



國立編譯館

國立編譯館

四三三八上

(新)



