

待交檢

44  
448032  
191

民國三十三年三月

黃海化學工業研究社印行

由黃鹵鹼水提製藥品之試驗彙報

研 究 報 告

第三十四號至第三十六號

KBC  
G  
S396

中央圖書館  
CENTRAL LIBRARY  
CHINA

## 目 次

---

	頁 數
由廠水與鉀鹼製造氯化鉀試驗	1-6
健樂鹽場廠水內溴素之提製 附溴素染料試驗	7-11
由廠水及鉀鹼製取溴化鉀初步試驗	12-15

MG  
TS316  
1

# 由鹼水與鉀鹼製造氯化鉀試驗

(研究報告第三十四號)

郭浩清

黃海化學工業研究社鹽類研究室

## 提要

由鹼水與鉀鹼製造氯化鉀，手續簡捷；產量在94%以上；氯化鉀成品之純度可超出99.6%；且同時尤可得大量碳酸鈣，碳酸鎂白粉料副產品。

## 引言

氯化鉀為軍事，火柴，肥料以及一切鉀鹽製造工業之基本原料，銷量至鉅。本試驗係利用蒸製川鹽時所剩下之鹼水及鉀鹼為原料。鹼水之產量僅維持梁山鹽場每日有五十餘噸，富榮鹽場之產量更數倍於此；鉀鹼乃得自桐子殼灰或草灰等，皆由南及東南各縣產額頗豐，年產可達千噸以上。是以原料之供給充足，將來實行設廠大量製造氯化鉀，應無問題。茲將關於本試驗所得結果摘要如后：

### 一、試驗用原料之分析

曾將試驗需用原料——黃鹼水，草灰鹼，及由草灰鹼配成之飽和鉀鹼液——一一施以分析。

表一、黃鹼水之分析  
(五通橋楊柳灣所產)

分析結果：—		計算結果：—	
鈣 (Ca <sup>++</sup> )	139.38 公分/公升	氯化鈣 (CaCl <sub>2</sub> )	386.06 公分/公升
鎂 (Mg <sup>++</sup> )	2.51 ,,	氯化鎂 (MgCl <sub>2</sub> )	93.86 ,,
鉀 (K <sup>+</sup> )	6.40 ,,	溴化鎂 (MgBr <sub>2</sub> )	14.72 ,,
氯 (Cl <sup>-</sup> )	329.75 ,,	碘化鎂 (MgI <sub>2</sub> )	0.24 ,,
溴 (Br <sup>-</sup> )	12.20 ,,	氯化鈉 (NaCl)	12.07 ,,
碘 (I <sup>-</sup> )	0.22 ,,	氯化鉀 (KCl)	12.20 ,,
鐵質 (Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , etc.)	痕跡	鐵質等 (Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , etc.)	痕跡 ,,
比重 (Sp.Gr.)	1.390/23.0°C.	比重 (Sp.Gr.)	1.390/23.0°C.

(南)

國立中央圖書館  
NATIONAL CENTRAL LIBRARY  
CHINA



3 1773 8587 3

表二、草灰鹼之分析

(灌縣大鹼)

分析結果：—			計算結果：—		
鉀 (K <sup>+</sup> )	47.24 %		碳酸鉀 (K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> )	41.50 %	
鈉 (Na <sup>+</sup> )	0.91 ,,		氫氧化鉀 (KOH)	10.81 ,,	
鈣 (Ca <sup>++</sup> )	0.06 ,,		碳酸鈉 (Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> )	2.10 ,,	
鎂 (Mg <sup>++</sup> )	0.06 ,,		硫酸鉀 (K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )	18.80 ,,	
碳酸根 (CO <sub>3</sub> <sup>--</sup> )	19.39 ,,		磷酸氫二鉀 (K <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub> )	0.57 ,,	
氫氧根 (OH <sup>-</sup> )	3.27 ,,		氯化鉀 (KCl)	10.26 ,,	
硫酸根 (SO <sub>4</sub> <sup>--</sup> )	10.74 ,,		矽酸鉀 (K <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> )	4.01 ,,	
磷酸根 (PO <sub>4</sub> <sup>---</sup> )	0.31 ,,		鋁酸鉀 (K <sub>2</sub> Al <sub>2</sub> O <sub>4</sub> )	0.47 ,,	
氯 (Cl <sup>-</sup> )	4.88 ,,		硫酸鈣 (CaSO <sub>4</sub> )	0.20 ,,	
矽酸根 (SiO <sub>3</sub> <sup>--</sup> )	2.00 ,,		硫酸鎂 (MgSO <sub>4</sub> )	0.30 ,,	
鋁氧 (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	0.24 ,,		不溶性物 (Insol. Matter)	0.48 ,,	
不溶性物 (Insol. Matter)	0.48 ,,		燒失量 (Loss at 300 °C.)	10.48 ,,	
燒失量 (Loss at 300 °C.)	10.48 ,,				

表三、由灌縣草灰鹼製成飽和溶液之分析

分析結果：—			計算結果：—		
鉀 (K <sup>+</sup> )	417.47 公分/公升		碳酸鉀 (K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> )	554.62公分/公升	
鈣 (Ca <sup>++</sup> )	無		氫氧化鉀 (KOH)	76.53 ,,	
鎂 (Mg <sup>++</sup> )	0.06 ,,		碳酸鈉 (Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> )	30.14 ,,	
碳酸根 (CO <sub>3</sub> <sup>--</sup> )	257.84 ,,		硫酸鉀 (K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )	3.00 ,,	
氫氧根 (OH <sup>-</sup> )	23.19 ,,		磷酸氫二鉀 (K <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub> )	5.49 ,,	
硫酸根 (SO <sub>4</sub> <sup>--</sup> )	1.89 ,,		氯化鉀 (KCl)	26.61 ,,	
磷酸根 (PO <sub>4</sub> <sup>---</sup> )	2.99 ,,		矽酸鉀 (K <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> )	61.69 ,,	
氯 (Cl <sup>-</sup> )	12.66 ,,		鋁酸鉀 (K <sub>2</sub> Al <sub>2</sub> O <sub>4</sub> )	3.08 ,,	
矽酸根 (SiO <sub>3</sub> <sup>--</sup> )	30.42 ,,		硫酸鎂 (MgSO <sub>4</sub> )	0.30 ,,	
鋁氧 (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	1.60 ,,		比重 (Sp. Gr.)	1.559/28.7°C.	
比重 (Sp.Gr.)	1.559/28.7°C.				

飽和鉀鹼液底層所剩下之沉澱物為硫酸鉀及少量之不溶物等，可以用精製成純硫酸鉀或逕溶解成溶液作為製造氯化鉀之用。

## 二、氯化鉀製造試驗

由鹼水與鉀鹼合成氯化鉀之化學反應甚為簡單，即鹼水中之氯化物與鉀鹼中之鉀鹽起複分解作用是也。

### (一) 鹼水所需鉀鹼液當量之測定

(甲) 滴定法——用滴定管量出約25公撮鹼水於一250公撮玻璃杯中，加水稀釋至150公撮，煮沸，用鉀鹼液滴定之，以草酸銨液為液外指示劑。

(乙) 計算法——由“表一”及“表三”所示，可計算出鹼水所需鉀鹼液之當量如下：—

$$\frac{\text{鹼水之體積}}{\text{所需鉀鹼液之體積}} = \frac{417.4 \times \frac{40.07}{2 \times 39.10} + 30.14 \times \frac{40.07}{106} - 12.66 \times \frac{40.07}{2 \times 35.46}}{139.38 + 26.51 \times \frac{40.07}{24.32}} = 1.192$$

### (二) 試驗方法

(甲) 取一公升飽和鉀鹼液加等體積之水稀釋之，徐徐摻入1.20公升鹼水，加完後攪攪數分鐘，煮沸，靜置片刻，傾出上層清液，將剩下之沉澱物入布袋瀝乾之，並每次以約450公撮熱水洗滌三次。得濾液（第一次濾液）2.5公升；洗液（混合洗液）1.4公升；及沉澱白粉泥8.10公分。茲將各該次物質之分析成份列表如下：—

表四、 “第一次濾液”及“混合洗液”之分析

名稱	第一次濾液	混合洗液
分析成份，公分/公升		
氯化鉀 (KCl)	256.25	128.54
氯化鈉 (NaCl)	14.81	6.18
溴化鎂 (MgBr <sub>2</sub> )	3.64	1.89
溴化鈣 (CaBr <sub>2</sub> )	1.64	0.86
氯化鈣 (CaCl <sub>2</sub> )	0.39	—
碳酸鈣 (CaCO <sub>3</sub> )	0.41	—
矽酸鉀 (K <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> )	0.02	—
磷酸氫二鉀 (K <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub> )	痕跡	—
比重 (Sp.Gr.)	1.180/32.0°C.	1.096/30.0°C

表五、沉澱白粉泥之分析

氯化鉀 (KCl)	5.19 %	磷酸鈣 (Ca <sub>3</sub> (PO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> )	0.55 %
碳酸鈣 (CaCO <sub>3</sub> )	40.82 %	硫酸鈣 (CaSO <sub>4</sub> )	0.81 %
氫氧化鎂 (Mg(OH) <sub>2</sub> )	6.45 %	溴化鎂 (MgBr <sub>2</sub> )	0.09 %
碳酸鎂 (MgCO <sub>3</sub> )	4.08 %	氯化物 (Cl, Mg, Na, etc.)	0.12 %
二氧化矽 (SiO <sub>2</sub> )	3.89 %	水份 (Free Moisture)	30.25 %
鋁氧等 (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , etc.)	0.18 %		

(乙) 氯化鉀結晶試驗

取第一次濾液800公撮，置於一類有體積分劃之一公升玻璃一，加熱使蒸發至剛出結晶體為止，玻璃外壁淋以冷水，同時攪動，使結晶加速而呈粒狀。俟完全冷卻後，將氯化鉀結晶

濾出，並在105°C. 烘乾之。所剩下之母液則仍照同樣法進行結晶五次，其結果如下表：

表六、氯化鉀結晶試驗紀錄表

氯化鉀濃結 品 次 數	結 晶 以 前		蒸發至剛出結晶時 沸點, °C.	冷卻及過溫後 氯化鉀重 公 分	備 考
	體積, 公撮	比重及溫度			
第一次濾液	800	1.180/32.0°C.	103.3	*78.0 **445	*第一次氯化鉀結晶 **第二次濾液
第二次濾液	445	1.209/29.0°C.	104.0	*40.5 **285	*第二次氯化鉀結晶 **第三次濾液
第三次濾液	285	1.217/29.0°C.	106.0	*81.4 **175	*第三次氯化鉀結晶 **第四次濾液
第四次濾液	175	1.224/29.5°C.	107.0	*21.7 **105	*第四次氯化鉀結晶 **第五次濾液
第五次濾液	105	1.229/30.0°C.	108.2	*14.0 **70	*第五次氯化鉀結晶 **第六次濾液
第六次濾液	70	1.245/31.0°C.	110.0	*9.1 **44	*第六次氯化鉀結晶 **第七次濾液
第七次濾液	44	1.268/29.0°C.	—	—	—
總 計	—	—	—	188.7	在105°C. 烘乾後之重

## (丙) 各次所得氯化鉀結晶之分析結果

表七、各次氯化鉀結晶之分析

氯化鉀結晶次第 分析成份, %	一	二	三	四	五*	六
氯化鉀 (KCl)	96.94	94.29	93.81	92.69	94.65	89.36
氯化鈉 (NaCl)	2.26	3.26	4.17	3.66	3.38	6.05
溴化鉀 (KBr)	0.34	0.58	0.83	1.25	1.64	3.23
氯化鎂 (MgCl <sub>2</sub> )	痕跡	痕跡	0.09	0.03	痕跡	0.05
氯化鈣 (CaCl <sub>2</sub> )	痕跡	痕跡	0.03	0.04	痕跡	0.08
水份 (Moisture)	0.50	1.34	1.15	1.87	0.31	1.16

附註：\*第五次氯化鉀結晶曾用7公分冷水淋洗一次。

## (丁) “第七次滷液” (即最後母液) 之分析結果

表八、最後母液之分析

氯化鉀 (KCl)	144.09 公分/公升	溴化鈣 (CaBr <sub>2</sub> )	8.11 公分/公升
氯化鈉 (NaCl)	176.40 ,,	矽酸鉀 (K <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> )	0.20
溴化鎂 (MgBr <sub>2</sub> )	55.96 ,,	比重 (Sp.Gr.)	1.268/29.6°C.
氯化鈣 (CaCl <sub>2</sub> )	24.35 ,,		

(戊) 氯化鉀之精製——將“乙”節所得氯化鉀中之150公撮，加約150公撮飽和純氯化鉀溶液，不時攪動，浸置二小時後，即行滷乾，再用飽和純氯化鉀液浸洗一次，最後用少量之水淋洗一次，滷乾後烘乾，得氯化鉀成品142公分，其純度為含氯化鉀89.65%。

## 三、放大製造試驗

依上列所得經驗曾用36公升鹼水及30公升飽和鉀鹼液，分為三次作放大試驗，共得氯化鉀成品22.5公斤（純度為含氯化鉀99.50%）及白粉料（碳酸鈣碳酸鎂沉澱）17.7公斤。

#### 四、結 論

(1)由“表三”所示，每公升飽和鉀鹼液（即1.18公斤瀋縣大鹼）與1.20公升鹹水能得純氯化鉀之理論數為 $417.47 \times \frac{74.55}{89.10}$ 或0.795公斤。今於放大試驗中由30公升飽和鉀鹼液與36公升鹹水實得22.5公斤氯化鉀，由此可知本試驗法之氯化鉀所得率為 $\frac{22.5 \times 0.995}{0.795 \times 30} \times 100$ 或94%；此外應得之6%氯化鉀，大部為碳酸鈣鎂沉澱因未能切實洗淨而帶走；餘則損失於試驗時所用各項器具等中。

(2)由“表七”可知各次所得氯化鉀結晶之純度頗相近，於大量製造時宜將各次結晶手續合併為一次，直蒸至母液之沸點約在114°C.時為止。

(3)欲得純氯化鉀結晶，宜將蒸發鍋內撈出之氯化鉀先行曬乾，再用逆流法投入“第一次濃液”中浸洗（首次浸攪二小時，二次及三次則浸二十分鐘）三次至四次，最後再用飽和純氯化鉀液淋洗之。

(4)鹹水與鉀鹼液起反應後，宜加熱至沸，蓋如是則非但易於過濾及洗滌且所得之碳酸鈣鎂沉澱質鬆而量輕，可供各種白粉料之用。

(5)剩下之母液中含溴及碘量甚高，極適於提溴及碘之用。

民國二十八年九月於五通橋

附啓：本試驗承管理中英庚款董事會協助，附此致謝。



# 製提素溴內水鹼場鹽樂健

附 溴素染料試驗

( 研究報告第三十五號 )

孫 繼 商

黃海化學工業研究社分析室

## 引 言

製溴工業已由間斷法 (Batch process) 演進而至於連續法 (Continuous process) 。然值此非常時期，連續式之設備暫不可能，而同時溴及溴鹽類在軍需及醫藥上需要甚切。故應本自力更生之旨，在選用國產器皿及力求簡單設備之原則內，尋求其製造之最高效能，以供實際應用，此為本試驗之目的。

## 原 料

(一) 錳礦 (Pyrolusite)：本試驗所需之錳礦，經打碎過篩 (約六十篩眼)，分析其中之二氧化錳含量，結果如下：

第 一 表

水份	2.14 %
二氧化錳	69.90 %

(二) 酸： 鹽酸及硫酸本試驗皆採用之。

(三) 母液： 本試驗原擬採用健為鹽場楊柳灣區之鹹水，為使其增高溴素之含量，乃將比重1.27之鹹水蒸濃至比重1.40，經分析其溴量約含 25公分/公升，如再欲增高溴含量，僅持蒸發，則不可能，因鹼內溴之含量亦不過2.90%。故本試驗改用由鹹水內將大部分鈣鎂用硫酸鈉除去後之母液，其含溴量約為100公分/公升。茲將鹹水，蒸濃鹹水，及鹹水除去鈣鎂後之母液之分析結果，分別列表如下。以資比較。

## 第二表

## 楊柳湖嫩水之分析

	分析成份		計算成份
比重(9°C)	1.272		
Ca <sup>++</sup>	107.6 公分/公升	CaCl <sub>2</sub>	260.9 公分/公升
Mg <sup>++</sup>	19.33	MgCl <sub>2</sub>	69.65
K <sup>+</sup>	4.628	MgBr <sub>2</sub>	11.55
Na <sup>+</sup>	3.870	MgI <sub>2</sub>	0.173
Cl <sup>-</sup>	219.1	KCl	8.825
Br <sup>-</sup>	10.03	NaCl	9.835
I <sup>-</sup>	0.157		

## 第三表

## 蒸濃嫩水溴量之分析

比重(14°C.)	1.408
Br	23.69 公分/公升

## 第四表

## 嫩水內鈣鎂提出後母液之分析

	分析成份		計算成份
比重(26°C.)	1.342		
Br <sup>-</sup>	100.0 公分/公升	MgBr <sub>2</sub>	116.60 公分/公升
Cl <sup>-</sup>	149.8	MgCl <sub>2</sub>	146.2
I <sup>-</sup>	1.69	MgI <sub>2</sub>	1.803
Mg <sup>++</sup>	67.78	MgSO <sub>4</sub>	78.30
Ca <sup>++</sup>	1.39	CaSO <sub>4</sub>	6.398
K <sup>+</sup>	14.56	K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	32.42

$\text{Na}^+$	26.54	$\text{Na}_2\text{SO}_4$	67.45
$\text{SO}_4^-$	84.78		

### 試 驗

蒸溴試驗之設備器材大部分以陶器為主。用油鍋間接加熱，油之溫度維持在 100—120°C 之間，此為蒸溴之適宜溫度。關於錳礦與酸及母液之理論配合量，按照第一，四表上之記錄計算，每一公升之母液應用錳礦 78.12 公分，比重 66 波梅之硫酸 45.60 立方公分，比重 20 波梅之鹽酸 175.7 立方公分，至於實際上之配合量見以下各試驗。

關於製造手續。係取母液兩公升或三公升倒入作用罐內，又按量稱取已過六十篩眼之粉狀錳礦，傾入罐內，再加適量之酸，將罐口密封，加熱約半小時，溴氣開始逸出，經過冷卻器而成液體溴，約再繼續半小時，作用始能完全。

茲將歷次試驗記錄列表於下：

第 五 表  
二氯化錳之利用量與溴產量之關係

錳礦 (公分)	母液 (公升)	溶液 硫酸度 (規定)	蒸出溴量 (公分)	溴產量 (%)	二氧化錳 之利用量 (%)
100	3	2.25	126.0	42.0	97.6
110	,,	,,	130.5	43.5	92.0
120	,,	,,	138.0	46.0	89.1
130	,,	,,	141.0	47.0	84.1
140	,,	,,	154.0	51.5	85.5
150	,,	,,	159.0	53.4	82.4
200	,,	,,	162.0	54.0	62.8

由上表得知錳礦用量愈多，則二氧化錳效能愈低，例如錳礦加到 200 公分時（尚未達理論上應加之量），二氧化錳之利用量已低到 62.8%；溴素之產量亦無顯著之增加。故以下試驗即以二氯化錳之最高利用量為準。

第 六 表  
 二氧化錳之利用量與鹽酸濃度之關係

錳礦 (公分)	母液 (公升)	酸量(20°Be') (立方公分)	溶液酸度 (規定)	溴產量 (%)	二氧化錳之利用量 (%)
100	2	200	0.95	13.5	25.2
,,	,,	250	1.13	22.5	42.0
,,	,,	300	1.32	28.0	53.2
,,	,,	350	1.51	38.0	71.0
,,	,,	400	1.71	49.5	92.5
,,	,,	450	1.87	52.5	98.1

由上表可知鹽酸在溶液內之酸度，1.87規定時，錳礦內之二氧化錳有98.1%被利用，而溴之產量祇達52.5%。

第 七 表

二氧化錳之利用量與硫酸濃度之關係

錳礦 (公分)	母液 (公升)	酸量(20°Be') (立方公分)	溶液酸度 (規定)	溴產量 (%)	二氧化錳之利用量 (%)
100	2	100	1.70	36.0	67.3
,,	,,	130	2.19	45.5	85.0
,,	,,	150	2.51	50.5	95.1

由上表可知，硫酸在溶液內之酸度，2.51規定時，錳礦內之二氧化錳有95.1%被利用，而溴之產量祇達50.5%。

### 結 論

(一)以濃度 35.5°Be' 之含溴母液 (其成份見第四表) 用間斷方法製溴，其產量不能超過65%。

(二)加硫酸後母液之酸度約在2.5規定，錳礦內之二氧化錳有95%可被利用。

(三)由試驗可知酸之效率，鹽酸達59%，硫酸達37%；欲使其效率增加應再濃縮母液。

### 染 料 試 驗

本試驗係一偶然發現，緣黃海社在研究由五倍子製糖酸，因試與該作用，得一棕色染料。本試驗所及僅就方程式所需糖酸及溴素之分子量，製成糊狀體，然後配合不同濃度之溶液作一實際染色試驗，至於其化學反應如何一溴化抑係氧化一是否一純粹化合物，及其分子式如何，並應如何分離使成染料等，均待繼續研究。

稱取糖酸20公分，加50立方公分蒸餾水，將純溴徐徐滴入，即時攪動。糖酸漸漸溶於液內，液體始顯肉色，旋即變成深棕色，此棕色液體對於動物纖維係一極堅固美麗之棕色染料。

此棕色液體放在低溫鍋內繼續蒸濃至膠黏狀態，使大部分溴化氫氣體逸出，然後沖淡中和，再加醋酸使成酸性溶液。熱至60°C將網放進，在96°C維持一刻鐘，取出，用水沖洗曬乾。

試試：——染網之牢固程度(Fastness)試驗結果如下

- (一)對於陽光——將染成之網子，在陽光下曬之，一星期後尚未褪色。
- (二)對於水——將白網與染色的網子一起放在蒸餾水內，經一夜，白網並未被沾染，水內亦無顏色。
- (三)對於洗滌——將白網子與染色的網子，浸在同一肥皂液內，熱之並以手搓擦；結果白網子未被沾染，肥皂液內亦無顏色。
- (四)對於汗水——將白網子與染就的網子放入極淡之乳酸內，浸一點鐘，結果並未改變。

### 附 啓

本試驗係由管理中英庚款董事會協助始克完成，並允許發表，特此致謝，又本工作經張子豐先生熱心指導，一併附謝。

民國三十一年六月於五通橋

# 由鹼水及鉀鹼製取溴化鉀初步試驗

(研究報告第三十六號)

蔡子定

黃海化學工業研究社分析室

引言、 鹼水內所含鈣，鎂，溴三者皆有利用之價值，提製硫酸鎂之試驗已有詳文發表(1)，硫酸鎂結晶後之母液較原鹼水含溴量增高七倍有餘，每公升可達一百餘公分。自為提製溴素之良好原料，本試驗則以加適量鉀鹼於此種母液內，再按分級結晶法選製溴化鉀為目的。

原料成份。

甲、 母液之分析結果。

氯化鎂	146.2 公分/公升
溴化鎂	109.4 ,,
硫酸鎂	78.3 ,,
氯化鈉	67.5 ,,
硫酸鉀	32.4 ,,
硫酸鈣	6.4 ,,
碘化鎂	1.6 ,,
比重(23°C.)	1.345 ,,

乙、 鉀鹼液之分析結果。

碳酸鉀	715.7 公分/公升
氫氧化鉀	14.6 ,,
其他	未測定

比重(20°C.)

1.527

試驗、取母液 3 公升，加水沖稀至 9 公升，放入容量約 20 公升鐵鍋內煮沸，徐徐注入當量稀鹼液（原鹼液 1.6 公升，稀釋至 8 公升），隨加隨攪，候溶液再度沸騰，用布過濾，得比重 1.091 (24°C.) 溶液 11.4 公升。將濾得之碳酸鎂沉澱放於 3 公升沸水中積裏數分鐘，再行過濾，復用沸水洗滌數次，所得沉澱就 100°C. 以下之溫度烘乾，得碳酸鎂 800 公分。

將洗液併入濾液中，加熱蒸發，復有一部碳酸鎂生出，濾去，繼續濃縮，待沸點增至 107°C.，速將容器置於冷水中，不斷攪動，使結晶加速成粒狀，俟溶液完全冷涼，用吸濾器過濾，並於 105°C. 左右烘乾，得硫酸鉀及氯化鉀混合晶體 480 公分。

濾液內再加適量氯化鉍，使硫酸根完全沉澱，過濾後則母液內僅含氯化鉀，溴化鉀，氯化鈉，溴化鈉，及微量之碘化物，繼續行分級結晶九次，所得結果列如第一表。

第一表

各次晶體之分析結果

結晶次數	晶體重量 公分	成 份								水 份
		溴化鉀	氯化鉀	氯化鈉	溴化鈉	硫酸鉀	硫酸鈣	碳酸鎂	碳酸鉀	
— % —										
第一次	480	6.37	32.21	5.23	—	55.35	0.17	0.09	0.45	0.13
第二次	310	13.46	80.15	6.19	—	—	—	—	—	0.30
第三次	95	17.30	76.09	6.44	—	—	—	—	—	0.17
第四次	110	21.21	71.31	7.17	—	—	—	—	—	0.31
第五次	60	21.95	38.56	49.25	—	—	—	—	—	0.24
第六次	113	28.27	34.79	46.74	—	—	—	—	—	0.20
第七次	39	35.90	20.66	43.29	—	—	—	—	—	0.25
第八次	31	54.67	3.45	41.56	—	—	—	—	—	0.32
第九次	22	55.52	—	40.12	4.25	—	—	—	—	0.21
第十次	80	72.40	—	24.18	5.22	—	—	—	—	0.20





### 結 語

(一)、 本試驗經十次分級結晶，各次所得晶體含溴化鉀之量漸增，氯化鉀之量遞減，母液之成份亦然。

(二)、 由試驗結果證明按分級結晶法可使氯化鉀及溴化鉀分離，惟因母液中有大量鈉鹽存在，故其中變化益形複雜，是為困難之點，如能事先將鈉鹽分離，則可得較良結果。

(三)、 第一表及第二表內之鉀鹽及鈉鹽係由計算而得，與原母液及鹼液內之含量略有出入，是因鹼液未經完全分析，碘質含量甚少，亦未測定。

(四)、 本試驗所用原料之產量既豐，價值亦廉，而所得溴化鉀，氯化鉀等均為有用物品，頗有繼續研究之價值。

### 參 考 書

(1)• 黃海化工彙報「鹽專號」，第一卷，第一期，第三十五頁。

附啓： 本試驗承 張子豐先生指導，附此敬謝。

民國三十一年四月於五通橋

由黃油鹼水提製藥品之試驗彙報

每册定價十六元

編行者 黃海化學工業研究社

四川五通橋

印刷者 文化印書館

四川樂山老霄頂

中華民國三十二年三月

