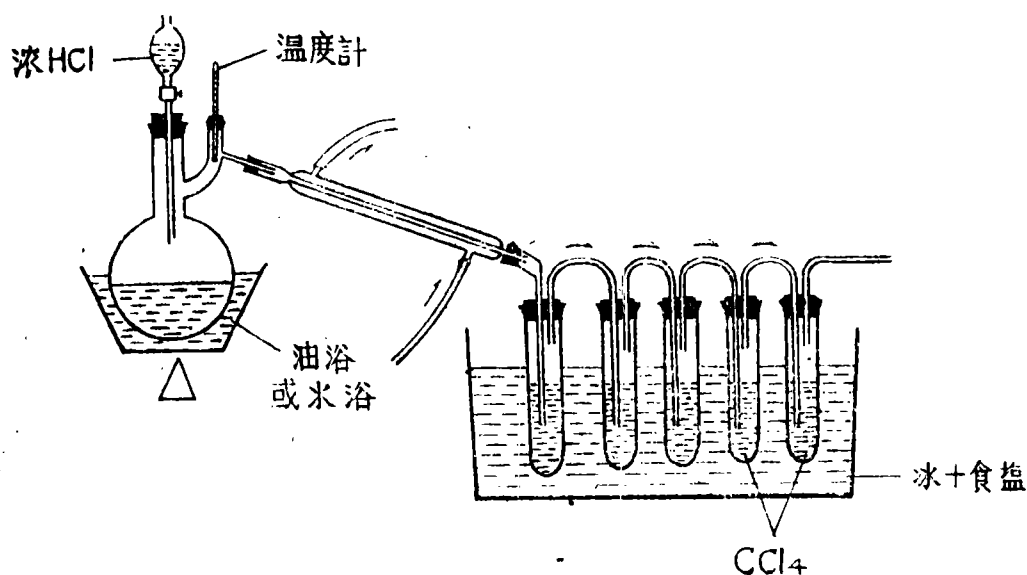


金屬銻的提純

黃茂春 張展霞 霍玉琳

我們所用的原料系市售工業純的銻，其中含銻約99.8%，經光譜分析檢驗，其中有Zn, Sb, Si, Al, Mg, Fe, Ca, Cu等雜質，曾經用二種方法來進行提純—— CCl_4 吸收法⁽¹⁾和直接冷凝法⁽²⁾。利用後者純度可達到99.9998%的銻。(注)而前者只達到99.99%左右。這可能是由於 CCl_4 本身的純度不夠所致。

直接冷凝法的步驟如下：首先將粗金屬銻溶解在3% H_2O_2 ，最好是少量多次加入，直至銻完全溶解，然後將 GeO_2 水溶液在水浴上慢慢蒸干，至白色粉末狀 GeO_2 出現。將 GeO_2 放在蒸餾瓶中，加入濃鹽酸及一些 KMnO_4 (30克 GeO_2 約加入100毫升濃鹽酸)在40—50°C內保持約10分鐘，這時可以看到 GeO_2 溶解，在這種情況下，可將溫度慢慢升高至84°C進行蒸餾，蒸餾出來的 GeCl_4 直接冷凝於充分冷卻的接受器中，為了避免 GeCl_4 揮發的損失，在空的接受器後面還連接有裝 CCl_4 的吸收瓶(如圖)，溫度至90°C時即停止蒸餾，由於 HCl 蒸氣的凝結，因此在接受器中有二層液體，上層為 HCl 液體，下層為 GeCl_4 液體，蒸餾完畢後，將 HCl 與 GeCl_4 分離，分離出來的 GeCl_4 用電導水進行水解，即得白色 GeO_2 沉淀。



将提纯后的 GeO_2 放在管式炉中于 600°C 左右在纯化的氢气流中进行还原,这样便可得到高纯度的金属锗,我们所得到的锗,经光谱分析,仅含 Si 0.0001%, Ca 0.0001%。(注)

参 考 文 献

- ① Fischer, W., U.W. Harre: Angew. Chem; 66,165 (1954)。
- ② H.J.Clulley, J.Chem. Soc., 2275 (1952)

THE PURIFICATION OF METALLIC GERMANIUM

Huang Mau-chung Chong Chan-sia Ho Yu-ling

ABSTRACT

Crude metallic germanium, dissolved in 3% hydrogen peroxide, was converted into germanium dioxide, It was then purified by direct condensed method.

Spectrographic analysis showed that after purification it contained only 0.0001% Si and 0.0001% Ca.

注: 由广东省地质局光谱分析室测定的结果