

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

化学工业出版社

(内部資料·注意保存)

苯 肼 $C_6H_5NHNH_2$

一、产品名称、性質、用途及規格

1. 产品性狀及用途:

产品名称: 苯肼

分子式: $C_6H_5 \cdot NH \cdot NH_2$ 分子量: 108.14

产品一般性質: 黄色油状液体, 比重 1.0978。凝固点 19.6。
100毫升水在20°C时溶解 12.6 克, 50°C时溶解23克; 易溶于酒精和乙醚中。

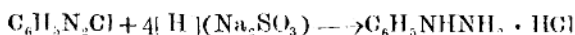
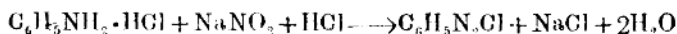
用途: 鉴定醛、酮、醇的分析试剂。

二、原料規格

原 料 品 名	控制規格	原 料 品 名	控制規格
苯 胺	工业品	氢氧化钠	工业品
盐 酸	工业品	乙 醚	工业品
亚硫酸钠	工业品	食盐(冷却)	工业品
亚硫酸氢钠	工业品		

三、制造理論及操作方法

1. 理論:



2. 操作过程:

(1) 操作工序:

a. 配制盐酸苯胺: 在一玻璃蒸发皿中放入1880克苯胺, 然后在不断搅拌下慢慢加入4600毫升比重1.17的浓盐酸, 加完后放冷。

b. 配制亚硝酸鈉溶液: 取1520克亚硝酸鈉放于5 呎烧瓶中, 然后加入2,000 毫升水, 摇动使之溶解。

c. 重氮化反应: 在60呎搪瓷桶中放入配好的盐酸苯胺, 将此桶用冰盐冷却, 内部加少量冰, 使温度降至 0°C , 再加入400 毫升粗盐酸搅拌均匀; 在不断搅拌下, 由分液漏斗慢慢加入已配好的亚硝酸鈉溶液, 其反应温度应保持在 $0\sim 5^{\circ}\text{C}$ 之間。当加至 $\frac{1}{5}$ 体积时, 应用淀粉碘化鉀試紙控制。

d. 还原:

① 配制亚硫酸鈉: 在45呎搪磁桶中放入7200毫升氫氧化鈉溶液(35%), 在搅拌下加入亚硫酸氫鈉浆状物(对酚酞不应呈色), 放置到 40°C 以下将此桶放到水浴上冰冷, 使温度降到 25°C (在冷却过程中应搅拌, 以避免结块)。

② 还原: 将已配好的亚硫酸鈉放入苯肼合成器中(100呎直式缸), 然后在不断猛烈搅拌下, 将两分重氮液很快地倒入, 不停搅拌, 直至有很多结晶析出(約15 分钟), 然后将此物放置2~3 小时。

③ 加盐酸将已合成好的苯肼磺酸鈉的缸放于大桶中, 通蒸气加热至 $60\sim 70^{\circ}\text{C}$, 由分液瓶中慢慢加入10 呎浓盐酸, 边加边搅,

直到加完。溫度保持 $60\sim 70^{\circ}\text{C}$ ，保溫 $4\sim 5$ 小時，然後停止蒸汽，放冷（ 20°C 以下），過濾後得粗品。

e. 分解：將30%氫氧化鈉預熱至 40°C ，放於240 呎大缸中（約放120 呎），然後分批加入上一操作所得粗品，邊加邊攪，呈微鹼性，俟無結晶時停止攪拌，放置，苯肼的油狀物浮在表面。分出的油狀物收集在另一缸內。

f. 提取：將所得苯肼粗品裝入提取桶中（約裝至桶體積的一半），所加乙醚體積為苯肼體積的 $\frac{2}{3}$ ，裝好後，即開始滾動，每滾動 $3\sim 5$ 分鐘放氣一次，約須滾動三次；然後放置使之分層，先將下層母液放出再收集醚層於大缸中。加無水碳酸鉀干燥，過夜後回收乙醚。

g. 減壓蒸餾：在水浴上回收乙醚。將苯肼放入減壓蒸餾瓶中約 $\frac{1}{2}$ 體積，進行減壓蒸餾。

（2）母液處理方法：

提取苯肼，乙醚可收回；其他母液均可棄去。

（3）包裝方法：用750 毫升細螺絲口瓶，每瓶分裝500 克。

四、注意事項

1. 操作注意事項：

① 重氮化時酸性不得太弱，pH 值保持3 左右，否則生成氨基偶氮苯的黃色結晶。

② 重氮化完畢後對碘化鉀淀粉試紙應呈藍色。

③ 用乙醚提取時應分清油層。

④ 減壓蒸餾時注意火力的大小，使溫度保持均勻。

1. 安全注意事項：

① 用鹽酸要戴手套、眼鏡。

② 用苯胺要戴膠皮手套、眼鏡及口罩，以免中毒。

③ 加酸時要在通風處進行，以免大量 SO_2 逸出。

- ④ 乙醚应远离火源。
- ⑤ 减压蒸馏时注意烧瓶的质量，油浴的温度要均匀，以免着火。
- ⑥ 提取苯肼要在通风处进行，操作者戴胶皮手套、眼镜，以免中毒。

苯 肼

书号：(内)152

定价：0.02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年第1版

1960年3月第1版第2次印刷

开本：787×1092·1/32 字数：2千字

印张： $\frac{4}{32}$

印数：2001—5000