

HUAXUE SHIJI SHENGCHAN JISHU ZILIAO

化学试剂生产技术资料

化学工业出版社

HUAXUE SHIJI SHENGCHAN JISHU ZILIAO

化学试剂生产技术资料

75

北京化工厂 編

(内部資料·注意保存)

化学工业出版社

溴 仿 CHBr_3

一、产品名称·性質·用途及規格

1. 产品性狀及用途

产品名称：溴仿

分子式： CHBr_3 分子量：252.77

产品一般性質：无色液体，味甜，嗅似三氯甲烷。沸点 $149\sim 150^\circ\text{C}$ ；在 75°C 結晶。約溶于 800 份水中，可与苯、乙醇、氯仿、乙醚、丙酮等混合；见空气和光可加速分解，成黄色。一般加入 3~4% 的乙醇作为稳定剂。有刺激性及催淚毒性。

用途：折光率原液，药用鎮靜剂。

2. 产品規格

最低含量：97%

最高不純物含量：%

測定項目	純	測定項目	純
不揮發物	0.005	游離溴	合格
硫酸試驗	合格	比重	2.8870~2.8920
溴化氫	0.0004	折光率	1.5960~1.5980

二、原料規格

原料名稱	控制規格	原料名稱	控制規格	原料名稱	控制規格
丙酮	工業	碳酸鈉	工業	鐵粉	工業
溴	工業	硫酸	工業		
氫氧化鈉	工業	亞硫酸氫鈉	工業		

三、制造理論及操作过程

1. 理論

操作工序：

(1)合成；(2)水汽蒸餾；(3)洗滌。

輔助工序：

(1) 配碳酸鈉25%的溶液；(2)配氫氧化鈉15%的溶液。

2. 操作过程

(1) 操作工序：

① 合成：在15立升的燒瓶內，放置2000毫升25%的碳酸鈉及700毫升丙酮。把燒瓶裝置固定后，先開動攪拌，正常后隨着轉動慢慢從分液漏斗加入溴，待變色后，再從另一漏斗加入15%的氫氧化鈉。同時燒瓶外面用冷水沖之。溴及氫氧化鈉的加入，以保持燒瓶內顏色呈黃色為限。溴的總量應加入1125毫升，加完后停止加入

氫氧化鈉。繼續攪拌至反應物無色為止（如不褪色可再加適量氫氧化鈉溶液）。停止攪拌後，將上層物倒出，下層則是溴仿粗品（正常情況約得500毫升，高時600毫升）。

② 蒸汽蒸餾：將溴仿粗品裝在燒瓶內，通蒸汽蒸餾至從冷凝器口不出油狀物為止，將蒸液收集分去水。

③ 洗滌：用200立升的大鉄桶，用高效率的攪拌機洗滌。每次攪拌時間約30分鐘。工序如下：

- 1) 將上部所得油狀物用水洗一次，盡量將水分去盡。
- 2) 用硫酸洗三次，把硫酸分去。硫酸用量按溴仿1/2比例。
- 3) 用水洗一次，用量按溴仿1/2比例。
- 4) 用碳酸鈉15%的溶液洗二次，用量按溴仿1/2比例。
- 5) 用蒸餾水洗二次，用量按溴仿1:1。

用蒸餾水洗後，將水分去，抽取樣品作中間檢驗；合格後用氯化鈣干燥。放置一天，用布氏漏斗包一層濾紙抽濾，濾去氯化鈣即為成品。過濾與洗滌應在晚上，否則影響游離溴不合格。並在成品中加4%的酒精，充分搖勻，以防分解，影響比重。

(2) 母液處理工序：

溴化鈉和醋酸鈉的混合液棄去。

(3) 包裝工序：

用500毫升棕色磨口瓶，每瓶分裝1000克（1公斤）。分裝時用虹吸方法。塞捻緊，用小綫扎緊，套膠帽，封石膏。

在毒氣櫥內或院中通風處分裝，周圍不能有火源。操作時戴膠皮手套，如在毒氣櫥操作，可不戴防毒口罩。飯前，要將手套及手沖洗干淨。

四、注意事項

1. 分析控制項目

溴氫酸的控制：取樣品25克放入分液漏斗中，加入10毫升水，

搖動5分鐘靜置後，將水溶液放入試管中，加入1毫升硝酸和10毫升硝酸銀溶液，如試液的混濁不深於標準，則符合規格。

標準：同體積水，含1毫升硝酸，1毫升硝酸銀，1毫克溴。

2. 操作注意事項

- (1) 配碳酸鈉及氫氧化鈉的濃度，應盡量準確。
- (2) 合成時應先加溴，待變色後再加氫氧化鈉溶液。
- (3) 洗滌時要徹底搖動，並在陰暗處或夜間進行。
- (4) 減壓的真空度要好。

3. 安全注意事項

- (1) 用氫氧化鈉(包括打碎取用等)，應戴眼鏡及膠皮手套。
- (2) 用溴時應戴膠皮手套、眼鏡，取時用虹吸管，以鼓風器壓出。
- (3) 溴的沸點很低，應放陰涼處，並不要與其它有機物或木屑等相混。
- (4) 取用溴時，應在通風處，並用電扇吹風。操作者戴手套及防毒面具。
- (5) 洗滌及合成時，最好在室外通風處進行；如在室內須打開窗戶，並戴防毒口罩。
- (6) 分液漏斗的活塞應用鐵絲捆好，以免振掉，溴流出薰人或傷人。
- (7) 丙酮應遠離火源。
- (8) 倒溴底時，應慢慢倒出，不要濺起。
- (9) 取溴或倒溴時，應穿好膠皮圍裙或膠皮褲。
- (10) 合成時加溴速度要慢，以防與氫氧化鈉作用發生大量熱，使游離溴跑出。

溴 仿

书号：(内) 187

定价：0.03 元

化学工业出版社(北京安定門外和平北路)出版

北京市书刊出版业营业許可証出字第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· $\frac{1}{32}$

字数：3千字

印张：6/ $\frac{1}{32}$

印数：2001—5000