

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

44

北京化工厂 编

(内部资料·注意保存)

化学工业出版社

吡 啶 C_5H_5N

一、产品名称、性质、用途及规格

1. 产品性状及用途:

产品名称: 吡啶

分子式: C_5H_5N

分子量: 79.40

产品一般性质: 本品为无色澄明的液体,有特殊不适的臭味,与水、醇、氯仿、乙醚及其他有机溶剂能任意混溶。比重0.988(15°C)。沸点范围113°~116°C。

用途: 有机合成。

2. 产品规格:

最低含量: 98%

最高不纯物含量: %

測定項目	分析純	測定項目	分析純
水不溶物	无	游离氨	合格
氮化物	0.010	銅 盐	0.0005
不挥发物	0.001	高錳酸鉀还原物	合格
硫酸盐	0.005		

二、原料規格

原料品名	控制項目	檢驗方法
吡 啶	氮化物 0.001%	Rosin
	硫酸盐 0.005%	//
	氨 合格	//
	銅 0.0005%	//
	水溶度 清亮	//

三、制造理論及操作过程

1. 理論:

(1) 采取蒸餾提純法: 利用沸点的不同, 将其中机械杂质及异沸点的物质除去, 从而得到純淨的吡啶。

(2) 加入高錳酸鉀: 因吡啶原料中常含有不飽和的物质和还原高錳酸鉀的杂质, 故加入高錳酸鉀少許, 使之除去。

2. 操作过程:

(1) 操作工序:

a. 上料: 将原料約 125 公斤放入大鉄桶中, 加入 75 克高錳酸鉀及数块小砖块, 然后盖好塞子, 将桶滚动, 使桶内液体与高錳酸鉀充分混匀; 混好后将大桶固定, 同时将分餾柱与大桶及冷凝器連接好, 并开放冷却水。

b. 蒸餾: 将料上好后, 要經過一遍仔細的檢查; 一切妥善

后，方可点火蒸馏。出头少许，另放一处，然后截取 $113\sim 116^{\circ}\text{C}$ 的馏出物于大罈中，盖好盖子，待取样分析合格后即为成品。

c. 卸料：待蒸馏温度升至 116°C 时，桶内约剩底 $15\sim 20$ 公斤即可停火（注意切勿蒸干！）。停火后，稍稍放冷，即可再上新料。每蒸馏两桶到底一次。头底要很好保存，可再做原料或供其他用途。

（2）母液处理：头底可合并在一起再行蒸馏，做出成品或工业品。

（3）包装：用700毫升棕色螺絲口瓶，每瓶分装500克。

四、注意事 項

1. 分析控制：

（1）水不溶物：取10毫升样品溶于90毫升蒸馏水中，应为清亮溶液（每罈一次）。

（2）游离氨：取2毫升样品加入10毫升无二氧化碳的蒸馏水及2滴酚酞，所产生的粉色，用 $0.02N$ 的盐酸滴定至无色。盐酸的用量不得超过0.1毫升（每罈一次）。

（3）高锰酸钾还原物：取5毫升样品，加入0.5毫升 $0.1N$ 的高锰酸钾溶液，30分钟后粉色不得完全消失（每罈一次）。

2. 不正常现象及处理方法：

如高锰酸钾还原物不合格，原因是所加入的高锰酸钾未完全溶解；将高锰酸钾粉碎并充分滚动，即可避免。

3. 安全操作注意事项：

（1）吡啶有毒，操作时所用仪器设备必须密闭，并用排气管通至室外。

（2）操作场所必须空气流通，以免吸入蒸气中毒。操作者必须穿戴胶皮衣、胶皮手套、防毒口罩等。

（3）吡啶易燃，要特别注意成品及原料的贮存，应远离火

源，放在阴凉的地方。

(4) 所用的容器须选择结实坚固的，以防破损中毒或着火。所有贮存吡啶的容器要有明确的标志，以防与其他产品混淆。

(5) 生产吡啶的场所应有湿麻袋、沙箱、灭火器等消防设备；万一发生火警，立即戴防护用具，将煤气关闭，用湿麻袋等扑救之。

吡 啶

书号：(内)153

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

1969年3月版第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
