

分散黄棕 S-3RFL 合成工艺的改进^{*}

陈 苏 兰

(无锡染料厂,江苏无锡 214041)

摘 要 :对重氮化温度、偶合反应时反应物的浓度和偶合组分中双氰乙基苯胺的用量对反应收率的影响进行了研究,提高了产品的收率。

关键词 :重氮化 ;分散黄棕 S-3RFL ;偶合

中图分类号 :TQ613.1 **文献标识码** : A

Improvment of Disperse Yellow-brown S-3RFL Technology

CHEN Su-lan

(Wuxi Factory of Dyestuff, Wuxi 214001)

Abstract : By studying the effects on the coupling reaction yield of the reactant concentration, the quality of N,N-dicyanoethylaniline and the temperature in previous diazotization reaction, the yield of disperse yellow-brown S-3RFL is increased.

Key words : diazotization ; disperse yellow-brown S-3RFL ; coupling

分散黄棕 S-3RFL 系偶氮型分散染料,它是由邻氯对硝基苯胺经重氮化制得邻氯对硝基苯胺重氮盐,再与 N,N-双氰乙基苯胺进行偶合,反应完成后经过滤、砂磨、干燥而得。按现行生产工艺,反应收率不太理想。作者对该产品的合成工艺进行了改进研究^[1,2]。

1 实验内容

1.1 邻氯对硝基苯胺的打浆

在 600 mL 的烧杯中,加入 30% 的盐酸和工业邻氯对硝基苯胺,在常温下打浆 6 h,得到淡黄色悬浮液。

1.2 重氮化

在 1 000 mL 的烧杯中,加入上述悬浮液,将温

度降到 0 ℃ 左右,在液面下快速加入亚硝酸钠溶液。加毕,用淀粉碘化钾试纸和刚果红试纸分别确认亚硝酸钠和盐酸量是否足够,然后在两者均过量及一定温度下反应 2 h,添加少量尿素,搅拌 10~15 min,静置。

1.3 双氰乙基苯胺的溶解和析出

在 400 mL 的烧杯中,加入定量的盐酸及固体双氰乙基苯胺,搅拌,待其全溶后,以细流状加入到盛有底水的烧杯中而析出,加入速度不宜过快。

1.4 偶合

在 2 000 mL 的烧杯中,加入上述析出的双氰乙基苯胺溶液,降温到 6 ℃ 左右,然后,在 1.0~1.5 h 内滴加邻氯对硝基苯胺重氮液,滴完后在 10 ℃ 以下保温反应 8~10 h,反应过程中,经常用对硝基苯胺重氮盐溶液和 H 酸溶液来判断重氮组份和偶合

* 收稿日期 :1999-04-16 ;修订日期 :1999-11-16。

作者简介 :陈苏兰(1957 年 8 月生),女,江苏扬州人,工学学士,工程师。

组份的过量情况 ,反应终点为双氰乙基苯胺消失 ,重氮盐稍过量 .反应完成后 ,过滤、干燥.

2 结果与讨论

通过对重氮化反应温度、偶合反应时的体积及双氰乙基苯胺的含量等几个因素对反应收率的影响进行了研究 ,找到了最佳工艺条件.

2.1 重氮化温度的影响

2 种不同温度下的重氮化的数据列于表 1.

表 1 重氮化的结果
Tab.1 Diazotization Results

序号	邻氯对硝基苯胺用量/g	双氰乙基苯胺用量/g	物质的量之比	重氮温度/℃	原染料质量/g	色光	滤饼相对强度	收率/%
1	17.3	19	1:0.952	3	36.3	微红	280	94.90
2	17.3	19	1:0.952	2	36.5	稍红	285	95.42
3	17.3	19	1:0.952	3	36.7	微红	280	95.95
4	17.3	19	1:0.952	3	36.1	微红	285	94.38
5	17.3	19	1:0.952	2	36.5	稍红	280	95.42
6	17.3	19	1:0.952	9.0	34.9	稍红	280	91.24
7	17.3	19	1:0.952	8.5	35.2	稍红	275	92.03
8	17.3	19	1:0.952	9.0	34.7	稍红	275	90.72
9	17.3	19	1:0.952	8.0	35.1	稍红	280	91.76
10	17.3	19	1:0.952	9.0	34.5	稍红	280	90.19

注 :1~5 号是 2~3 ℃ 下的重氮化结果 ,6~10 号是 8~9 ℃ 下的重氮化结果.

表 2 反应结果
Tab.2 Reaction Results

序号	邻氯对硝基苯胺用量/g	双氰乙基苯胺用量/g	物质的量之比	重氮盐体积/mL	偶合体积/mL	原染料质量/g	色光	滤饼相对强度	收率/%
1	17.3	19	1:0.952	450	850	34.1	稍红	270	89.15
2	17.3	19	1:0.952	470	870	33.8	稍红	275	88.36
3	17.3	19	1:0.952	460	860	34.3	稍红	280	89.67
4	17.3	19	1:0.952	440	890	34.3	微红	265	89.67
5	17.3	19	1:0.952	460	820	33.4	微红	270	87.32
6	17.3	19	1:0.952	450	1 230	36.8	微红	280	96.21
7	17.3	19	1:0.952	470	1 250	37.1	微红	285	96.99
8	17.3	19	1:0.952	440	1 270	37.0	稍红	275	96.73
9	17.3	19	1:0.952	450	1 300	37.5	稍红	280	98.04
10	17.3	19	1:0.952	460	1 280	36.9	稍红	285	96.47

注 :表中列出的偶合体积是指偶合反应结束时的体积 ,它与偶合反应时的浓度和酸度是密切相关的 .体积越大 ,浓度和酸度越小 ;体积越小 ,浓度越大.

从表 2 中可以看出 ,偶合反应的体积越小 ,反应收率越低 ,1~5 号的平均收率为 88.83% .当体积增加到 1 250 mL 左右时 ,收率明显提高 ,6~10 号平均收率为 96.89% ,较前者提高了 8.06% .

由表 1 可知 ,当重氮化反应的温度从 2~3 ℃ 升高到 8~9 ℃ 时 ,合成所得染料的色光和滤饼相对强度差异不大 ,但收率降低 4% 左右 .6~10 号的重氮化温度与现生产条件相接近 ,因此 ,降低重氮化温度可提高产物的收率 .在气温高的夏季 ,严格控制反应温度 ,显得更为重要.

2.2 偶合反应浓度的影响

试验结果列于表 2.

2.3 偶合组份双氰乙基苯胺的质量对反应收率的影响.

试验结果列于表 3.

从表 3 可以看出 ,使用含量较低的双氰乙基苯

胺合成染料,原染料的收率较低,平均收率仅为 83.87%,而且色光也不能保证,强度偏低。使用合格的双氰产品的平均强度为 280,平均收率为 96.73%,较前者提高了 12.80%。

在找出了影响反应收率的主要因素后,将其最佳工艺条件应用到大生产中,工业化生产投料 6 批,六批生产试验结果列于表 4 中。

表 3 双氰乙基苯胺质量对反应收率的影响

Tab.3 The effects on the reaction yield of the quality of N,N-dicyanoethylaniline

序号	邻氯对硝基苯胺		双氰乙基苯胺			原染料质量/g	色光	滤饼相对强度	收率/%
	质量分数/%	用量/g	批号	质量分数/%	用量/g				
1	37	17.3	11-11	51.08	19	31.40	较红	260	82.09
2	37	17.3	11-9	52.94	19	32.7	稍红	280	83.49
3	37	17.3	11-9	52.94	19	31.8	稍红	280	83.04
4	37	17.3	11-9	52.94	19	31.1	稍红	280	81.31
5	37	17.3	11-9	52.94	19	33.4	稍红	260	87.32
6	37	17.3	8-4	65.13	19	37.2	稍红	260	97.25
7	37	17.3	8-4	65.13	19	37	稍红	260	96.73
8	37	17.3	8-4	65.13	19	37.2	稍红	260	97.25
9	37	17.3	8-4	65.13	19	36.7	稍红	260	95.95
10	37	17.3	8-4	65.13	19	36.9	稍红	260	96.47

注:邻氯是同一批号、双氰 11-11 批和 11-9 批均为某厂的产品

表 4 扩大试验的结果

Tab.4 The results of expanding test

批号	邻氯对硝基苯胺用量/kg	双氰乙基苯胺用量/kg	物质的量之比	折 100%染料得量/kg	色光	滤饼相对强度	扩散性能/级	平均收率/%
1	121	133	1:0.952	695	稍黄	95	3	91.5
2	121	133	1:0.952	683	稍红	97	3~4	
3	121	133	1:0.952	678	微红	102	4	
4	121	133	1:0.952	686	微红	95	4	
5	121	133	1:0.952	682	微红	105	4	
6	121	133	1:0.952	692	微红	100	3~4	

注:每批得量间的差异可能是由于砂磨和喷雾干燥过程中物料的残留造成。

从表 4 中可以看出,色光合格的有 4 批,单锅合格率达到 66.7%(考核指标为 60%)。扩散性能合格为 100%。平均收率为 91.5%,大生产收率略低于小试,这是因为大生产时偶合桶体积只有 9 000 L,由于受到设备条件的限制,所以大生产每批投料 0.7 kmol,偶合体积在 7 000 L 左右,偶合浓度介于表 3 所列数据之间(将表 2 中投料量扩大 10 000 倍,则表 2 中的 1~5 批体积为 8 700 L,6~8 批体积为 12 500 L)。因此,大生产的收率也在表 3 中列出的平均收率 88.81%~96.94% 之间。实践证明,大生产的结果与小试相符合。

3 结 论

邻氯对硝基苯胺重氮化时,重氮化温度应控制在 2~3℃,偶合时的浓度不宜过高,若投料 1 kmol,则偶合体积控制在 13 000 L~15 000 L 为宜。另外,不合格的双氰乙基苯胺应杜绝使用。

参考文献

[1] 章思规. 精细有机化学品技术手册[M]. 北京: 科学出版社, 1991.

[2] 周春隆, 穆振义. 有机颜料化学及工艺学[M]. 北京: 中国石化出版社, 1997.

万方数据

(责任编辑: 朱明)