

精细有机化学品技术手册

上 册

章思规 主编

科 学 出 版 社

1 9 9 1

内 容 简 介

本书收入的化工产品达5000种以上, 产品介绍的内容包括: 产品名称(中、英文的通用名及别名), 结构式, 分子式和分子量, 性状, 生产方法, 产品规格, 原料消耗, 用途, 危险性质, 国内生产厂。本书对大多数精细有机化学品中间体都详细列出适用于工业化的生产方法和操作步骤, 对基本有机原料和精细化工的最终产品, 也有选择地作了介绍, 使本书不仅保留了检索工具书的完整性, 又满足了从本书直接查取大量精细有机化学品实用生产技术的要求。

为了查阅方便, 本书正文按英文名称排列, 书末附有中文品名索引、分子式索引和化学文摘登录号索引。

本书分上、下二册。上册介绍英文品名第一个字母为 A, B, C, D 的化工产品。

本书可供从事精细化工产品开发研究、规划设计、生产经营、人才培养等方面的人员阅读。

精细有机化学品技术手册

上 册

章 恩 规 主 编

责任编辑 张建荣 等

科 学 出 版 社 出 版

北京东黄城根北街16号

邮政编码: 100707

北京市华星计算机公司激光照排

天津市静一胶印厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

*

1991年7月第 一 版

开本: 787×1092 1/16

1991年7月第一次印刷

印张: 58 $\frac{1}{2}$

印数: 0001—5000册

字数: 2303千字

ISBN7-03-002367-6/TQ·14

定价: 75.00元

编写说明

《精细有机化学品技术手册》(简称《FOC 技术手册》)共编入3000多个条目,每一条目介绍一种产品,有些条目还包含了衍生物和中间产物的生产方法,介绍的产品总数达5000多种。本手册收入的品种限在国内外市场有一定商品量的单一组分的有机物质(少数天然物质除外),包括少量起始原料、基础有机原料、基本有机原料、通用中间体、专用中间体,也包括已具备商品功能的纯组分精细化学品。重点介绍有机中间体。

大部分条目按条目标题(中文名称、英文名称),结构式,分子式和分子量,别名,性状,生产方法,产品规格,原料消耗,用途,危险性质,国内生产厂,参考文献等顺序作介绍。

1. 条目 按英文品名的字母顺序排列。英文名称中有阿拉伯数字、希腊字母以及其他符号表示位次、结构或构型的,均不作为排列次序用(少数已成为特定品名的组成部分的除外),染料索引中的 C. I. 也不作为排列次序用。

条目标题的英文品名按英文习惯(例如,遵守以字母顺序安排基团的原则),优先采用国际非专有药名(INN)、ISO 推荐的农药通用名。条目标题的中文名称一般采用对译。

别名列入较常使用的俗名,化学文摘(CA)第8次、第9次累积索引命名中较实用的名称,少数商品名称。

全部条目按顺序编号(FOC 编号),在 FOC 编号下面带方括号的是化学文摘登录号。

2. 分子式 依据希尔体系(Hill convention),即先排 C, H, 然后按其他原子的字母顺序排列。水合物、盐酸盐等在分子式中附 H_2O , HCl 等表示。

3. 性状 除注明外,沸点是指760毫米汞柱下的数据,折光率是指20℃、对钠 D 线的数据,闪点是闭杯式数据。“性状”部分介绍基础性质,优先选用 CRC 数据。危险性质、功能性质通常在相应部分介绍。最重要的原料和中间体,将在下册附录中提供化工基础数据。

4. 危险性质 对很多物质提供了美国国家职业安全与保健研究所(NIOSH)所编写的《化学物质毒性效应记录》(Registry of Toxic Effects of Chemical Substances)的编号。例如乙醛的编号为: RTECS[®] AB 1925000。

5. 参考文献 以介绍产品合成、制造、分离、衍生物、应用和综述性文章为主,列出了重要工具书和期刊。期刊缩写与化学文摘资料来源索引(CASSI)一致。较多出现的几种工具书的表示方法如下。

Beil., 7 (4), 505 指 Beilsteins Handbuch der Organischen Chemie (拜耳斯坦有机化学手册),第7卷,第4补编,第505页。黑体字为卷号。

Fieser 指 Fieser and Fieser's Reagents for Organic Synthesis (有机合成试剂),之后标出卷号(黑体)和页码。

Org. Synth. 指 Organic Syntheses (Wiley 有机合成丛书)。

Merck Index 指 The Merck Index (默克索引),第10版,之后标出条目号。

为了便于查阅,本手册下册附有中文品名索引、分子式索引和化学文摘登录号索引。

《FOC 技术手册》的试写条目曾广泛征求各方面的意见,最后采用长短条目结合的方式,兼有索引、手册、辞典的一些特点,努力满足读者对实用性强、信息量大的要求。化工生产需要考虑的问题很多,我们把编写的重点放在基础资料、生产方法和产品应用方面,并向读者介绍进一步参考的文献。我们希望本手册能起到指南的作用,特别是为筹划精细化学品生产的开始阶段的工作提供方便。编写这种类型工具书的工作量很大,不妥之处一定很多,欢迎读者提出批评和建议。

本手册的筹备和编写过程是在侯虞钧教授和邓南生高级工程师的指导下进行的。在本手册的编写过程中,得到武汉市科委、华中工学院汉口分院和武汉科技馆的有力支持和帮助,在此表示深深的感谢。

本书由章思规主编。参加编审的有:朱世斌、程咸熙、方孝成、王次兰、胡健、王昌皇、陈伯洲。为本书提供条目、帮助编写并提供宝贵意见的还有徐根良、沈瀛坪、卫加明、苏均一、朱海康、梁一华、梁工、顾世明、李忠铭、陈春华、常海崑、刘若利、刘国明、方汉斌、王芳、冯引娣、巴九红、岳素兰等同志。

最后,必须提请使用本书的读者注意,我们对化合物性质、制法、用途、危险性质的介绍,不可能详尽包括所有细节。制备操作和使用化学品必须全面掌握相关的知识和技能。另外,我们也介绍了受专利保护的技术,这并不意味着鼓励读者直接采用这些技术来组织商品生产。

重点参考书目

- [1] 国际纯粹化学和应用化学联合会, 梁晓天等译审, 有机化学命名法 (1979), 科学出版社, 1987.
- [2] 中国化学会, 化学命名原则, 科学出版社, 1984.
- [3] 英汉化学化工词汇 (第三版), 科学出版社, 1987.
- [4] 吴泽宜编, 农药词汇, 科学出版社, 1984.
- [5] 卫生部药典委员会办公室, 药名词汇, 化学工业出版社, 1984.
- [6] Buckingham, J. and Donaghy, S. M., Dictionary of Organic Compounds, 5th Ed., Chapman and Hall, 1982.
- [7] Gesellschaft Deutscher Chemiker, Beilsteins Handbuch der Organischen Chemie, Berlin.
- [8] Windholz, M., The Merck Index, 10th Ed., Merck & Co., Inc., 1983.
- [9] Kirk, R. E. and Othmer, D. F., Encyclopedia of Chemical Technology, 3rd Ed., John Wiley & Sons, 1978—1984.
- [10] Perry, R. H. *et al.*, Chemical Engineer's Handbook, 5th Ed., McGraw-Hill, 1973.
- [11] Reid, R. C. *et al.*, The Properties of Gases and Liquids, 3rd Ed., McGraw-Hill, 1977.
- [12] Weast, R. C. *et al.*, CRC Handbook of Data on Organic Compounds, CRC Press, Inc., 1985.
- [13] 上海化学试剂采购供应站编, 试剂手册, 第二版, 上海科学技术出版社, 1985.
- [14] 化工部科技情报所编, 化工产品手册——有机化工原料 (上、下册), 化学工业出版社, 1985.
- [15] 化工部染料工业科技情报中心站编, 化工产品手册——染料, 化学工业出版社, 1985.
- [16] 北京日用化学工业学会编, 化工产品手册——日用化工产品, 化学工业出版社, 1989.
- [17] 原正平, 王汝龙主编, 化工产品手册——药物, 化学工业出版社, 1987.
- [18] 刘冲等编, 石油化工手册 (第三册), 化学工业出版社, 1987.
- [19] 世界精细化工手册, 化工部科技情报所, 1982.
- [20] 世界精细化工手册 (续编), 化工部科技情报所, 1986.
- [21] 合成材料助剂手册 (第二版), 化学工业出版社, 1985.
- [22] 中国大百科全书——化工, 中国大百科全书出版社, 1987.
- [23] 中国大百科全书——化学, 中国大百科全书出版社, 1989.
- [24] 段长强等编, 现代化学试剂手册——通用试剂, 化学工业出版社, 1988.
- [25] 全国化工产品目录, 化学工业部, 1986.
- [26] 任娟清等, 药物别名手册, 山东科学技术出版社, 1984.
- [27] 周自永主编, 新编常用药物手册, 金盾出版社, 1987.
- [28] 徐克勋主编, 有机化工原料及中间体便览 (修订版), 辽宁石化技术情报总站, 1988.
- [29] [日] 精细化学品辞典编辑委员会编, 禹茂章等译校, 精细化学品辞典, 化学工业出版社

社, 1989.

[30] Reid, R. C. *et al.*, The properties of Gases and Liquids, 4th Ed., McGraw-Hill, 1987.

此外, 本书还参考了国内出版的化学、化工、医药等专业期刊, 以及全国各省市化工产品目录、手册等。

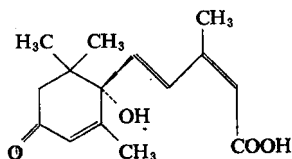
A

脱落酸

Abscisic acid

00010

[21293-29-8]



$C_{15}H_{20}O_4 = 264.32$

离层酸, 休眠素;

Abscisin II,

ABA,

5-(1-Hydroxy-2,6,6-trimethyl-4-oxo-2-cyclohexen-1-yl)-3-methyl-2,4-pentadienoic acid,

3-Methyl-5-(1'-hydroxy-4'-oxo-2',6',6'-trimethyl-2'-cyclohexen-1'-yl)-2-cis,4-trans-pentadienoic acid

白色粉末。溶于丙酮、乙醚、氯仿和碳酸氢钠溶液,微溶于水。市售98%的商品,熔点188—190℃。但文献报道,从氯仿/石油醚中结晶,熔点为160—161℃。

脱落酸存在于豌豆及其他植物中,具有抑制植物生长、诱发休眠、形成离层等作用,据认为它是地麦普内酯与类胡萝卜素的氧化物。可将其用于植物生长调节剂和生化研究。用作农药的植物生长调节剂,例如用来防止烟草发生腋芽的马来酰肼(Maleic hydrazide),打破蔬菜休眠从而促进发芽的赤霉素,促进生根的羟基异噁唑和吲哚丁酸(3-Indolebutyric acid),调节开花的乙烯利(Ethephon),促进成熟的比久(Daminozide),防止落果的4-氯苯氧乙酸,防止倒伏的2,4-滴等等,是重要的精细化学品。

脱落酸的合成方法可参见文献。

参考文献

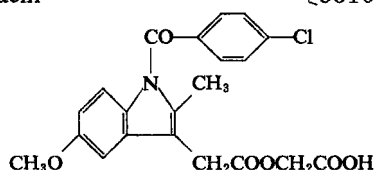
- Merck Index, 5.
Cornforth, J. et al., *Nature* (London), 1965, 208, 715.
Milborrow, B. V., *Phytochemistry*, 1975, 14, 2403.
Burden, R. S. et al., *Pure Appl. Chem.*, 1976, 47, 203.
Mayer, H. J. et al., *Helv. Chim. Acta*, 1976, 59, 1424.
Shibasaki, M. et al., *Chem. Pharm. Bull.*, 1976, 24, 315.

乙酰消炎痛

Acemetacin

00020

[53164-05-9]



$C_{21}H_{18}ClNO_6 = 415.81$

炎痛美新, [1-(对氯苯甲酰基)-5-甲氧基-2-甲基吲哚-3-乙酰氧基]-乙酸;

Rantudil,

1-(4-Chlorobenzoyl)-5-methoxy-2-methyl-1-H-indole-3 acetic acid

消炎镇痛药。熔点150—153℃。乙酰消炎痛是消炎痛的前体药物,在体内经代谢变成消炎痛而发挥作用。由于本品的抗炎作用强,对胃肠道系统粘膜损害作用非常小,故与消炎痛相比,治疗范围更广。

生产方法 以消炎痛为原料,在乙醚-吡啶中与氯化亚砷反应生成消炎痛的酸性酰氯化物,然后在干燥吡啶中与乙醇酸反应得乙酰消炎痛。收率为54%。

也可由消炎痛与氯代乙酸乙酯在DMF溶液中反应制得。

急性毒性: $LD_{50} = 24.2$ 毫克/公斤(雄大鼠口服),对大鼠及猴进行6个月慢性毒性试验,耐受性良好,无致畸作用。

RTECS# NL3520550.

参考文献

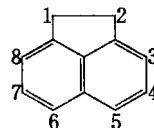
- Merck Index, 21.
Ger. Pat., 2234651, (1974).
CA, 81, 3765m.

芴

Acenaphthene

00030

[83-32-9]



$C_{12}H_{10} = 154.21$

萘并乙烷, 萘嵌戊烷;

peri-Ethylenenaphthalene,

1,8-Ethylenenaphthalene,

1,2-Dihydroacenaphthylene

白色或略带黄色斜方针状结晶。熔点96.2℃,沸点279℃,相对密度1.0242 (99/4℃),折光率为1.6048 (95℃)。极微溶于水,溶于热醚、热苯、甲苯、冰醋酸、氯仿和石油醚,微溶于乙醇。

在高温焦油中,约含芴1.2—1.8%。以煤焦油蒸馏分出的洗油,用精馏方法再分成各个窄馏分,从270—280℃馏分制取工业芴。

将芴氧化得到萘二甲酰肼,再与氨作用得到萘二甲酰亚胺,可制得荧光染料。经脱氢得到芴烯,从而制取芴烯树脂。经硝化可得硝基芴,用于荧光染料。与甲醛缩合得芴甲醚树脂(绝缘材料)。另外,芴还是植物生长激素、杀虫剂、杀菌剂的原料。

萘对眼及皮肤有刺激性。

RTECS[#] AB 1000000.

国际市场有纯度为99%的商品,熔点93—95℃。我国有多家焦化厂生产。《全国化工产品目录》(1986)编号 J0132001, J0500001 (试剂)。

生产厂 鞍钢化工总厂、上海焦化厂、首钢焦化厂、北京焦化厂、石家庄桥西焦化厂、北京化工厂、上海试剂一厂。

参考文献

Beil., 5, 586; 5 (2), 495.

Merck Index, 22.

Charlesworth, E. H. et al., *Can. J. Chem.*, 1957, 35, 351.

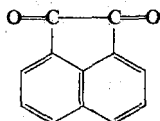
Bestmann, H. J. et al., *Justus Liebigs Ann. Chem.*, 1968, 718, 33.

萘醌

Acenaphthenequinone

00040

[82-86-0]



$C_{12}H_6O_2 = 182.18$

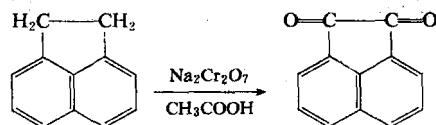
萘并乙二酮, 萘嵌戊二酮, 二氧化萘。

Acenaphthaquinone,

1, 2-Acenaphthenedione

黄色针状结晶。熔点261℃ (升华)。溶于醇、热苯、热甲苯, 不溶于水。

生产方法 由萘用重铬酸钠氧化而得:



在带冷却夹套的不锈钢反应器内, 投入萘、冰醋酸和乙酸高铈, 搅拌, 在2小时内加入计量的二水合重铬酸钠, 温度保持在40℃。然后在室温继续搅拌8小时。加冷水稀释, 过滤, 用水洗涤至无酸性。将固体与10%碳酸钠溶液在蒸汽浴上煮30分钟, 过滤, 洗涤。再将固体用亚硫酸氢钠(4%溶液)在80℃提取30分钟, 然后加入助滤硅藻土及活性炭, 再过滤。重复提取一次, 将滤液合并后在80℃和不断搅拌下用浓盐酸酸化至刚果红试纸变蓝色, 继续在80℃保温搅拌1小时。萘醌呈鲜黄色结晶析出, 过滤, 用水洗除酸性, 得萘醌, 产率38—60%。熔点256—260℃。

用邻二氯苯重结晶, 结晶用甲醇冲洗后, 熔点可达259—260℃。

配料实例: 萘100克, 冰醋酸800毫升, 乙酸高铈5克, 二水合重铬酸钠325克, 得产品45—70克。

萘醌是染料和杀虫剂的中间体。

生产厂 北京化工厂。

参考文献

Beil., 7, 744.

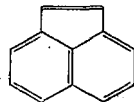
Org. Synth., 1944, 24, 1.

萘烯

Acenaphthylene

00050

[208-96-8]

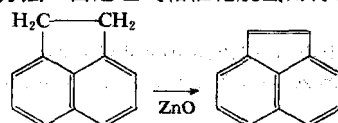


$C_{12}H_8 = 152.20$

萘并乙烯, 萘嵌戊烯

黄色棱柱状或板状结晶。熔点92—93℃, 沸点265—275℃ (部分分解), 156—160℃ (28毫米汞柱¹⁾), 相对密度0.8988 (16/2℃), 易溶于乙醇、甲醇、丙醇、乙醚、石油醚、苯, 不溶于水。能在强酸中聚合。

生产方法 由萘经气相催化脱氢而得:



将工业萘投入熔融釜, 用间接蒸汽加热使全部熔化。用压缩空气将液萘压入螺旋气化混合器, 用蒸汽加热气化, 直接蒸汽与萘蒸气混合进入过热炉, 过热至450±20℃, 进入脱氢反应器, 经催化脱氢反应, 然后冷凝、干燥而得粗萘烯。用乙醇溶解粗萘烯, 除去炭化物和机械杂质, 冷却、结晶、干燥而得成品。

所用催化剂为氧化锌(85%)、氧化钙(5%)、硫酸钾(5%)、铬酸钾(3%)、氢氧化钾(2%)。

萘烯是有机合成原料, 用于电绝缘材料和离子交换树脂、染料等。市售商品纯度为95%时, 熔点88—91℃, 熔点下的相对密度0.899。

RTECS[#] AB1254000.

参考文献

Beil., 5, 625.

Dziewonski, K. et al., *Ber.*, 1912, 45, 2491.

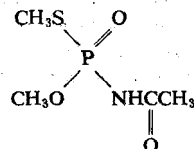
Bestmann, H. J. et al., *Justus Liebigs Ann. Chem.*, 1968, 718, 33; *Chem. Ber.*, 1969, 102, 2259.

乙酰甲胺磷

Acephate

00060

[30560-19-1]



$C_4H_{10}NO_3PS = 183.17$

O,S-二甲基乙酰胺基硫代磷酸酯;

O,S-Dimethyl acetylphosphoramidothioate

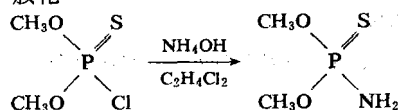
纯品为白色结晶, 熔点92℃, 工业品熔点70—

1) 1毫米汞柱=133.322帕。

80℃, 相对密度1.350, 易溶于水、甲醇、丙酮等极性溶剂和二氯甲烷、二氯乙烷等卤代烷烃中, 在苯、甲苯、二甲苯中溶解度较小, 在醚中溶解度更小。在碱性介质中不稳定。

生产方法 生产乙酰甲胺磷的原料有甲基氯化物、氨水、二氯乙烷、乙醇、硫酸二甲酯。通过胺化、酰化、异构化等反应步骤而得。

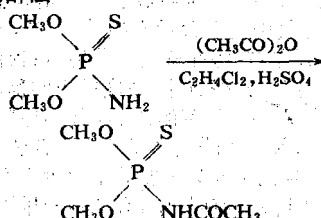
1. 胺化



将甲基氯化物及相应比例量的二氯乙烷分别从高位计量槽加入胺化釜中, 开启搅拌和冷冻盐水。当釜内温度降至15℃时, 由氨水高位计量槽慢慢滴加氨水于釜中, 釜中温度控制在35—40℃, 保持35—40分钟, 滴加氨水完毕后, 调节冷冻盐水, 使釜内温度降至20—23℃。保持温度搅拌30—35分钟, 然后加入6升水, 搅拌2—3分钟后, 停止搅拌, 将物料抽至胺化分离器中静置分层, 30分钟后, 将有机相放至受槽计量, 该有机相即为带溶剂的胺化物 (*O,O*-二甲基硫代磷酰胺)。

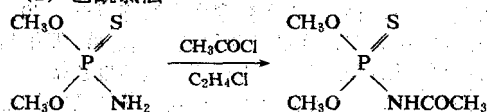
2. 酰化

(1) 乙醇法



将带溶剂的胺化物由高位计量槽放入酰化釜中, 开启搅拌, 再由乙醇高位计量槽加入乙醇于酰化釜中, 再开启冷冻盐水, 使釜中温度降至10℃时, 将浓硫酸从高位计量槽慢慢地滴加进反应釜中, 滴加硫酸完后, 开启空压, 将夹套中的冷冻盐水排出, 用蒸汽慢慢加压, 使釜中温度升至55—60℃, 保持50分钟, 反应完毕, 再将釜内温度降至10℃, 由氨水高位槽滴加氨水, 以中和反应生成的乙酸, 中和至pH值7—8, 在中和过程中, 温度应控制在30℃以下, 中和完后, 将物料抽至分离器中静置分离, 分出下层有机相至粗酰化物贮槽, 再抽进蒸馏釜中进行减压蒸馏脱溶 (真空度650毫米汞柱, 70℃、15—20分钟), 即得酰化物 (*O,O*-二甲基-*N*-乙酰基硫代磷酰胺)。

(2) 乙酰氯法

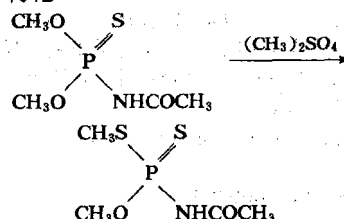


将带溶剂的胺化物由高位计量槽放入酰化釜中, 开启搅拌, 从乙酰氯高位计量槽加入乙酰氯。然后慢慢将釜中温度升至50℃, 保持温度反应2小时, 反应毕, 将反应釜内温度降至10℃, 然后由氨水高位计量槽慢慢滴加氨水, 以中和反应生成的酸, 中和至pH值7, 在

中和过程中, 釜内温度应控制在30℃以下, 中和完毕后, 加入适量的水。以溶解中和过程中生成的铵盐, 搅拌2—3分钟, 将物料抽至分离器静置分离。分出下层有机相, 抽至蒸馏釜中减压脱溶 (真空度650毫米汞柱以上, 70℃、15—20分钟), 即得酰化物。

酰化反应采用乙醇或乙酰氯为酰化剂都能取得较好的结果。

3. 异构化



从酰化物高位计量槽将定量的酰化物放入异构化釜中, 开启搅拌, 随后由硫酸二甲酯高位计量槽按比例将硫酸二甲酯加入异构化釜中, 慢慢升温至65—70℃, 保持温度2小时。出料, 即得乙酰甲胺磷原油。

原料消耗定额 (公斤/吨 (50%原油)):

甲醇 (98%)	1953	三氯化磷 (98%)	1660
烧碱 (30%)	3220	硫酸二甲酯 (98%)	120
氨水 (18%)	2450	硫磺 (98%)	315
乙酸 (98%)	295	胺化物 (40%)	1700
乙醇 (69%)	490	硫化铵 (工业品)	2200
二氯乙烷 (98%)	250		

乙酰甲胺磷为广谱杀虫剂, 对水稻害虫飞虱、叶蝉、蓟马、纵卷叶虫、粘虫三化螟和二化螟, 棉花蚜虫、棉铃虫, 果树的梨小食心虫、桃小食心虫, 蔬菜的小菜蛾、斜纹夜蛾、菜青虫, 小麦的麦蚜、粘虫等均有良好的防治效果。一般使用浓度 (有效成分) 0.05—0.1%, 每亩用药量50—70克。对人、畜、家禽、鱼类毒性很低, 残效期适中, 在土壤半衰期为三天。对大白鼠, LD₅₀825毫克/公斤 (浙江医科大学实测值)。

商品为乳油, 苏 Q/HG19-79规定含量不低于40.0%, 《全国化工产品目录》(1986) 编号 E0102002。

主要生产厂 江苏武进农药厂、上海农药厂、浙江菱湖化学厂、重庆农药厂、广东花县农药厂。

参考文献

Merck Index, 25.

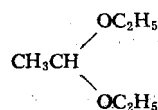
U.S.P., 3716600, (1973); 3845172, (1974).

乙缩醛

Acetal

00070

[105-57-7]



C₆H₁₄O₂ = 118.18

缩醛, 二乙醇缩乙醛, 1, 1-二乙氧基乙烷, 阿雪太;

Diethylacetal,

1, 1-Diethoxyethane,

Acetaldehyde diethylacetal,

Ethylidene diethyl ether

挥发性无色液体。沸点103.2℃, 21℃ (22毫米汞柱); 相对密度0.8314 (20/4℃); 折光率1.3834。能与乙醇、乙醚混溶。溶于水、乙酸、庚烷、丁醇和乙酸乙酯。长期放置易聚合, 在碱性中稳定。

生产方法 由乙醛和乙醇在无水氯化钙和少量的无机酸存在下作用而得油状物, 经无水碳酸钾干燥, 再经分馏, 收集101—103.5℃馏分, 即为成品。

乙缩醛可作溶剂使用, 也用于染料、塑料、香料的合成和保护醛基的有机合成中。国外市售商品纯度99%, 闪点-21℃。

本品有毒, 小鼠口服 LD₅₀=4.6克/公斤。属一级易燃液体。

RTECS# AB 2800000.

参考文献

Beil., 1, 603; 1 (4), 3103.

Merck Index, 30.

Org. Synth., Coll. Vol., 1, 1.

Vericat, J. B., CA, 1945, 39, 3784.

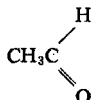
Sax, N. I., *Dangerous Properties of Industrial Materials*, 5th Ed., Van Nostrand-Reinhold, 1979, 331.

乙醛

Acetaldehyde

00080

[75-07-0]



* C₂H₄O=44.05

醛;

Acetic aldehyde,

Ethanal

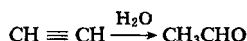
无色易燃易挥发易流动的液体, 有辛辣臭味。熔点-121℃, 沸点20.8℃, 相对密度0.7834 (18/4℃), 折光率1.3316。可与水、乙醇等以任何比例混溶。临界点181.5℃/63.2atm。

生产方法 乙醛有多种生产方法:

- (1) 乙炔水合法;
- (2) 乙醇氧化法;
- (3) 乙醇脱氢法;
- (4) 乙烯直接氧化法;
- (5) 饱和烃类氧化法。

实验室还可采用三聚乙醛加硫酸分解制乙醛。

乙炔水合法工艺成熟, 收率亦高。工艺过程可简述如下:



97%的新鲜乙炔与含75%乙炔的循环气, 在68—73℃, 0.049兆帕下与水蒸气混合, 进入装有催化剂溶液的水化器中, 乙炔与水在硫酸汞催化下反应生成乙醛。反应温度98—100℃, 转化率为60—70%。反应混合气经冷凝, 得含7—10%乙醛的粗产物, 未冷凝的气体经处理后的不凝性气体主要为乙炔, 除少量排出系统

外, 大部分循环使用。粗产物稀乙醛经蒸馏分离乙酸、巴豆醛等高沸物, 脱除乙醛内尚含的少量乙炔和汞, 即得精乙醛成品。

该法所用的催化剂溶液每升含有0.6克硫酸汞、1.8克硫酸和40克铁盐。由于汞的价格较高, 而且剧毒, 存在污染问题, 因此对非汞催化进行了大量的研究, 所用催化剂主要有锌、镉和铜盐。

以乙醇为原料制造乙醛的方法, 一种是脱氢法, 一种是氧化法。



脱氢法是吸热反应, 需从外部加热, 但反应温度低, 副反应少, 不需空气或氧气, 还能生产副产品氢气。氧化法系放热反应, 不需从外部加热, 温度控制方便, 但由于有惰性气体, 吸收效率较差。乙醇氧化法的工艺过程如下: 在乙醇蒸发锅中加入88—90%稀乙醇, 加热至85℃, 通入经过预热的空气, 压力维持在0.1177兆帕, 控制定量进入氧化炉的乙醇和空气的混合比。氧化炉中装有浮石-银和银网作为催化剂, 开始时先用电热棒加热至300℃左右, 通入乙醇-空气混合气后, 反应放出热量, 用水冷却将温度维持在550℃, 反应气经冷却进入吸收塔, 用5℃水吸收乙醛, 塔顶温度控制在15℃以下, 尾气中乙醛含量不超过0.4%, 塔底吸收液浓度约在12%左右。将此稀乙醛蒸馏, 塔顶温度控制在23±0.5℃, 蒸出乙醛成品。塔底排出的稀乙醇送入回收塔, 蒸馏得到75%纯度的乙醇, 作为原料重复使用。

1960年以前, 乙醛生产以乙炔水合法为主, 到70年代末, 乙烯氧化法成为主要的工业生产方法。我国建设的四套30万吨乙烯项目中, 有二项安排了乙醛装置, 合计生产能力为9万吨。

乙烯直接氧化法所用催化剂为氯化钼、氯化铜、氯化亚铜的水溶液, 又分一步法和两步法。一步法工艺过程如下: 含量99.8%的乙烯, 99.5%的氧及循环气, 分别由压缩机送入立式反应器, 混合气中氧含量不大于9%, 以使反应在乙烯爆炸极限以下进行。反应器内装有催化剂。反应温度控制在120—130℃, 反应压力为0.29兆帕。反应气经除雾冷却后用水吸收, 乙醛水吸收液经抽提精馏, 除去二氧化碳、氮、甲烷及氯乙烷, 而后分离高沸物(水, 乙酸及较高的氯化衍生物)得99.5%的乙醛。乙醛收率以乙烯计为95%, 以氧计为90%。二步法采用空气作氧化剂, 反应在0.98—1.18兆帕、100—105℃下进行。乙烯在催化剂存在下经空气氧化为乙醛后, 通入闪蒸塔, 利用本身的反应热使乙醛和水蒸发, 蒸出的乙醛在粗馏塔内浓缩成60—70%的乙醛溶液, 最后在精馏塔塔顶得到产品乙醛。催化剂溶液可以再生循环使用, 该法可使用低纯度乙烯。

消耗定额: 乙炔水合法, 每吨产品消耗99%乙炔610公斤; 乙醇氧化法消耗95%乙醇1200公斤; 乙烯氧化法(一步法)消耗99%乙烯710公斤, 氧气(99%)300立方米。

市售工业品乙醛, 乙烯法乙醛纯度为99.7%, 乙醇法纯度为98%。

乙醛的最大用户是乙酸业, 1978年, 美、日用于乙酸生产消费的乙醛分别占乙醛消费总量的60%和67%。但由于乙酸生产转向甲醇羰基化法, 乙醛的消费在逐年下降, 1983年日本乙酸消费的乙醛比例降到28%。乙酸乙酯消费的乙醛量在日本曾居第二位, 80年代后也在减少。丁醇、辛醇过去也是乙醛的重要衍生产物, 现在已基本为丙烯腈基合成法代替。乙醛的其他消费领域是生产季戊四醇、过乙酸、吡啶及其衍生物。国内生产的乙醛基本上都作为生产乙酸的中间体, 只有

少量用于生产季戊四醇、丁酸、三氯乙醛、三羟甲基丙烷等产品。

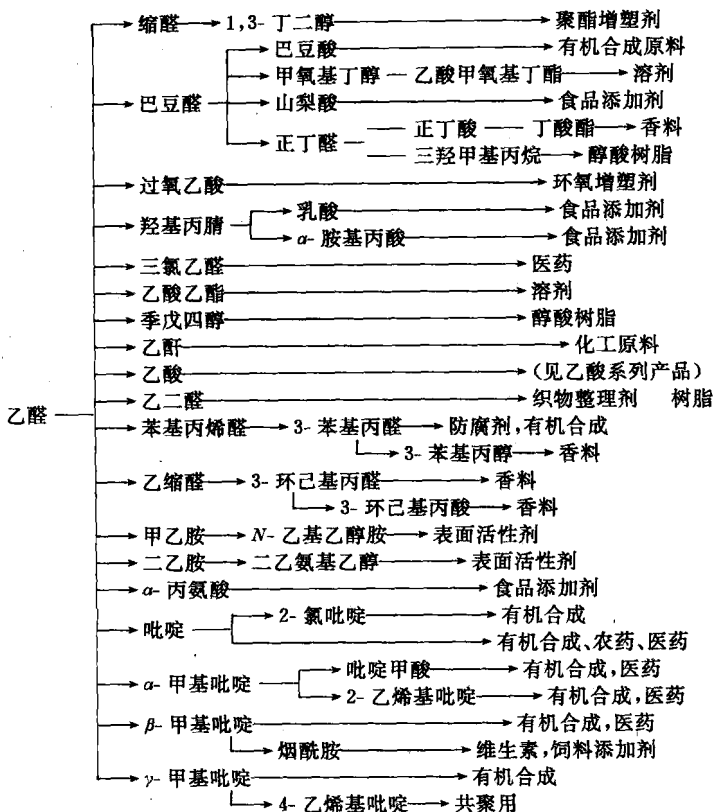
乙醛的用途可参见本条附表。

乙醛闪点-35℃, 在空气中的自然温度为380—400℃, 与空气混合时的爆炸极限3.97—57%, 属一级易燃液体, 在空气中允许浓度为200ppm。

RTECS# AB 1925000.

《全国化工产品目录》(1986) 编号 C0206002。

乙醛系列产品



生产厂 北京有机化工厂、天津化工厂、锦州有机化工厂、吉林化学工业公司电石厂、上海吴淞化工厂、上海试剂一厂、上海石油化工总厂、衢州化工厂、四川维尼纶厂、贵州有机化工厂、兰州化学工业公司化肥厂、广东江门溶剂厂、南宁第二化工厂、衡阳第三化工厂、山东梁山油漆厂、山东新华制药厂。

参考文献

Beil., 1, 594; 1 (3), 2617.

Fieser, 1, 3; 2, 4.

Merck Index, 31.

Wertheim, E., J. Am. Chem. Soc., 1922, 44, 2658.

Austin, G. T., Chem. Eng. (N.Y.), 1974, 81, 127.

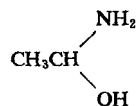
Kirk-Othmer, Encycl. Chem. Technol., 3rd Ed., 1978, 1, 97.

乙醛合氨

Acetaldehyde ammonia

00090

[75-39-8]



$\text{C}_2\text{H}_7\text{NO}=61.08$

1-氨基乙醇;

1-Aminoethanol,

α -Aminoethyl alcohol,

Aldehyde ammonia

无色结晶。熔点97℃, 沸点110℃(部分分解)。用作橡胶丝的专用硫化促进剂, 简称促进剂AA或AC。具有着色性, 主要用于天然橡胶及丁苯橡胶。硫化后产品柔软, 耐老化性优良。也用于有机合成。

由乙醛和氨缩合制得。

本品有特殊臭气。RTECS[#] AB 1950000。

《全国化工产品目录》(1986) 编号 J0127005。

生产厂 北京化工厂、天津化学试剂二厂。

参考文献

Merck Index, 32.

U. S. P., 1456702, (1923); CA, 17, 2428.

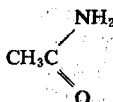
U. S. P., 1551176, (1926); CA, 20, 210.

乙酰胺

Acetamide

00100

[60-35-5]



$C_2H_5NO=59.07$

醋酰胺;

Acetic acid amide,

Ethanamide

无色结晶。熔点80.1℃, 沸点221.2℃, 120℃(2mmHg), 相对密度0.9986(85/4℃), 折光率1.4278。溶于水、乙醇、三氯甲烷、吡啶和甘油, 微溶于乙醚。极纯的乙酰胺没有气味。商品有鼠臭。易潮解, 可燃。

生产方法 冰醋酸通氨生成乙酰胺, 再经热解脱水而得乙酰胺, 经结晶、分离得成品:



实验室合成可按下面步骤操作。

在5升烧瓶中加入3公斤冰醋酸, 加入相当于400克氨的碳酸铵。烧瓶上装高效分馏柱、冷凝器和接受器。将反应混合物加热至缓缓沸腾, 调节加热使蒸馏速度不超过180毫升/小时, 直到顶温达110℃为止。得1400—1500毫升水和乙酸的混合物。换接收器, 慢慢加大加热, 以同样速度继续蒸馏, 直至顶温升到140℃为止。得馏出物500—700毫升, 主要为乙酸, 留作下次投料用。将剩余物移入带分馏柱和空气冷凝器的烧瓶中, 常压蒸馏, 分别收集210℃以前和210—216℃馏分。后者为乙酰胺, 重1150—1200克, 前者还可以蒸馏回收部分产品, 两者共重1200—1250克, 产率87—90%。

乙酰胺常采用蒸馏与溶剂重结晶的方法进行精制。常用的溶剂有丙酮、苯、乙酸乙酯、乙酸甲酯、氯仿、二噁烷或苯与乙酸乙酯混合液。例如, 将1公斤上述方法制备的乙酰胺, 用1升苯和300毫升乙酸乙酯的混合溶剂重结晶, 可得无色针状纯品。

工业生产获得的产品, 纯度不低于98%, 凝固点不低于76℃。每吨产品消耗乙酸(99%)1700公斤, 液氨(99%)750公斤。

乙酰胺具有高的介电常数, 是许多有机物和无机

物的优良溶剂, 广泛用于各种工业。可用作对水溶解度低的一些物质在水中溶解时的增溶剂, 例如纤维工业中用作染料的溶剂和增溶剂。

乙酰胺具有微弱的碱性, 可做清漆、炸药和化妆品的抗酸剂。乙酰胺具有吸湿性, 可作染色的润湿剂, 还可作塑料的增塑剂。乙酰胺氯化或溴化生成的N-卤代乙酰胺, 是有机合成的卤代试剂。乙酰胺也是制造药物和杂菌剂的原料。

本品低毒, 大鼠(经口)LD₅₀=30克/公斤。但对皮肤和粘膜有刺激性。

RTECS[#] AB 4025000.

《全国化工产品目录》(1986) 编号 J0117027。

生产厂 北京化工厂、天津化学试剂三厂、上海试剂一厂、上海试剂四厂、苏州感光助剂厂、成都化学试剂厂。

参考文献

Beil., 2 (2), 177; 2 (4), 399.

Fiaser, 1, 3.

Merck Index, 35.

Org. Synth., Coll. Vol., 1, 3.

Robson, J. H., et al., J. Am. Chem. Soc., 1955, 77, 498.

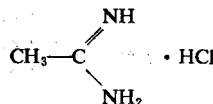
Ueki, M. et al., Bull. Chem. Soc. Jpn., 1971, 44, 1108.

盐酸乙腈

Acetamidine hydrochloride

00110

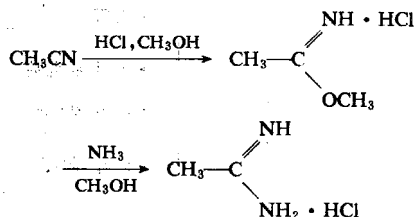
[124-42-5]



$C_2H_6N_2 \cdot HCl=94.54$

白色长棱形柱结晶。熔点177—178℃。易溶于水, 不溶于丙酮、乙醚。极易吸潮, 有异臭味。

生产方法 由乙腈、盐酸和甲醇经加成、氨化而得:



使甲醇在湍球塔内循环, 压力小于200毫米汞柱冷却下通入干燥的氯化氢, 制成浓度为45%的氯化氢甲醇溶液。然后投入反应罐, 搅拌冷却至10—5℃, 滴加乙腈, 并于15—20℃保温6小时, 得亚胺基甲乙醚盐酸盐。放入预先配制好的13%氨甲醇溶液中, 在0—40℃氨解, 保持pH值7—8, 搅拌2—3小时, 降温至30℃以下, 离心分离滤出氯化铵。滤液回收甲醇, 冷却过滤得成品。

重量投料比: 乙腈: 氯化氢甲醇溶液(45%): 氨: 甲醇=1:3:1.05:4.3。

收率82—85%。

盐酸乙腈是维生素B₁的中间体, 工业品含量≥92%, 氯化铵含量≤3%。

生产厂 江苏南通县化工厂、东北制药总厂、上海第一制药厂、杭州第一制药厂、天津中津制药厂。

参考文献

Beil., 2, 185; 2 (4), 429.

Merck Index, 36.

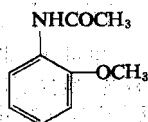
Org. Synth., Coll. Vol., 1, 5.

邻乙酰氨基苯甲醚

o-Acetamidoanisole

00120

[93-26-5]



$C_9H_{11}NO_2 = 165.19$

邻甲氧基乙酰苯胺;

o-Acetanisidide,

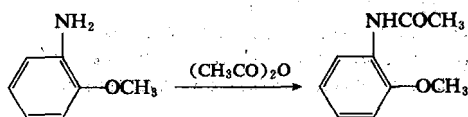
o-Methoxyacetanilide,

N-(2-Methoxyphenyl) acetamide

白色针状结晶, 熔点87—88℃, 沸点303—305℃。

在水、乙酸、乙醚和乙醇中的溶解度都在10%以上。

生产方法 由邻氨基苯甲醚与乙酐反应得到:



将计量的邻氨基苯甲醚投入反应釜, 搅拌下加入冰醋酸。在10—12℃滴加乙酐, 2小时左右加完, 静置2小时, 即得供工业上使用的中间体邻乙酰氨基苯甲醚。配料比为邻氨基苯甲醚:冰醋酸:乙酐=1:0.9:1(重量比)。

也可以将邻氨基苯甲醚与乙酐混合, 于沙浴回流2小时, 放冷, 得针状结晶, 过滤, 用水洗去酸性, 再用水重结晶而得成品。

作有机合成原料, 用于制造农药、医药等。《全国化工产品目录》(1986) 编号 J0129060。

生产厂 北京化工厂。

参考文献

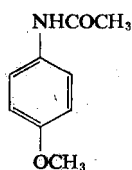
Beil., 13 (3), 778.

对乙酰氨基苯甲醚

p-Acetamidoanisole

00130

[55-66-1]



$C_9H_{11}NO_2 = 165.19$

对甲氧基乙酰苯胺, 对乙酰氨基甲氧基苯,

Acetaniside,

p-Methoxyacetanilide,

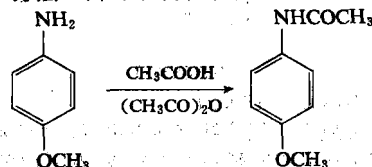
N-Acetyl-*p*-anisidine,

Methacetin,

Acetanisidine

白色结晶粉末。熔点130—132℃。能溶于乙酸、乙醇、氯仿, 不溶于冷水。微有苦味。易燃, 低毒。

生产方法 由对甲氧基苯胺经乙酰化而得:

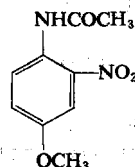


方法1: 对甲氧基苯胺和乙酸反应, 将反应物中过量乙酸和反应生成的水一起蒸出, 反应产物用减压蒸馏的方法提纯。每吨产品消耗对甲氧基苯胺(99%)773公斤, 冰醋酸(98%)450公斤。

方法2: 用乙酐乙酰化, 将对甲氧基苯胺加入1000毫升三口瓶中, 在50℃加入乙酐, 在70℃反应10分钟, 冷却、过滤、水洗、干燥即得。收率95%左右。

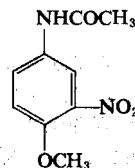
工业品参考规格: 灰白色粉末, 含量(总氨基值)99%, 干品初熔点122.0℃。

用于制造分散藏青2GL、枣红GP色基, 也用作医药中间体。将对乙酰氨基苯甲醚硝化得到4-甲氧基-2-硝基乙酰苯胺(4-Methoxy-2-nitroacetanilide), 此产品也是染料及医药中间体:



这个产品的生产方法是: 先将氯苯、对乙酰氨基苯甲醚及亚硫酸氢钠加入硝化釜, 调节温度至28℃, 于4小时内加入61%硝酸, 反应温度为25—30℃。加毕, 保温1.5小时。然后加水静置, 分出上层酸水, 将物料干燥, 得熔点116℃的成品。(上海染化九厂生产)

另一个硝化物是4-甲氧基-3-硝基乙酰苯胺(4-Methoxy-3-nitroacetanilide):



[50651-39-3]

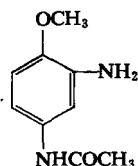
Beil., 13 (3), 186

熔点 153℃

$C_9H_{10}N_2O_4 = 210.19$

生产方法是, 先向三口瓶中加入95%硫酸, 搅拌下逐渐加入对乙酰氨基苯甲醚, 温度控制在15℃以下, 继续搅拌1小时, 冷却至5℃以下, 在2—3小时内加入混酸(H_2SO_4 47.4%, HNO_3 20%, H_2O 32.6%), 于0—5℃搅拌7—8小时, 将反应物倾入冰水中, 过滤、水洗、干燥即得成品。收率91—93%。(天津染料厂生产)

继续用铁粉还原, 可得4-乙酰氨基-2-氨基苯甲醚
(4-Acetamido-2-aminoanisole):



$C_9H_{12}N_2O_2 = 180.21$

还原反应在三氯化铁存在下进行, 收率为66.7%。
本品用来生产4-乙酰氨基-2-(N,N-双乙醇胺基)苯甲醚, 作为分散染料的中间体。(上海染料化工五厂生产)

《全国化工产品目录》(1986) 编号 C0303053。

生产厂 (对乙酰氨基苯甲醚) 天津染料厂分厂、上海奉贤县塘外化工厂、江苏吴江化工厂。

参考文献

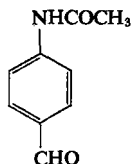
Beil., 13 (3), 1056.

对乙酰氨基苯甲醛

00140

p-Acetamidobenzaldehyde

[122-85-0]

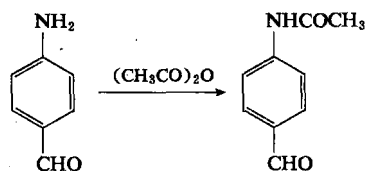


$C_9H_9NO_2 = 163.18$

4-Formylacetanilide

针状体结晶, 熔点156℃。新制备的产品无色, 放置后很快变成黄色。溶于水和苯, 微溶于醇。

生产方法 由对氨基苯甲醛和乙酐经乙酰化而得:



向共沸脱水后的对氨基苯甲醛的苯溶液加入乙酐, 继续蒸馏回收苯, 并通水蒸气将残存的苯蒸出。然后向反应产物加水, 用碳酸钠将pH值调到6.8—7, 加活性炭于95—100℃脱色, 压滤。滤液冷却结晶, 甩滤, 于60—65℃干燥, 得对乙酰氨基苯甲醛。

本品用于医药生产, 也是其他有机合成的原料。

参考文献

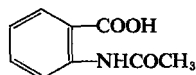
Beil., 14, 38; 14 (2), 25.

邻乙酰氨基苯甲酸

00150

o-Acetamidobenzoic acid

[89-52-1]



$C_9H_9NO_3 = 179.18$

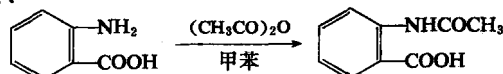
2-(Acetylamino) benzoic acid,

N-Acetylanthranilic acid,

Lappaconitic acid

针状结晶。熔点185℃。易溶于醚、苯、丙酮以及热水、乙酸、醇。

生产方法 以邻氨基苯甲酸为原料, 经乙酰化而得:



工艺过程如下: 按重量计, 将1份邻氨基苯甲酸、3.1份甲苯加入反应罐内, 搅拌下加入1.1份乙酐, 升温至110—111℃, 回流反应1小时, 酰化得邻乙酰氨基苯甲酸。

另一方法是将邻氨基苯甲酸、无水碳酸钠和乙酐在135—140℃回流反应4小时而得。配料时乙酸应过量。

本品为医药中间体, 用于生产非巴比妥类催眠药安眠酮。

RTECS* CB 2455000.

生产厂 上海第二十制药厂。

参考文献

Beil., 14, 337; 14 (3), 922.

Erikson, J., J. Chem. Educ., 1972, 49, 688.

Matsuda, V., Bull. Chem. Soc. Jpn., 1973, 46, 430.

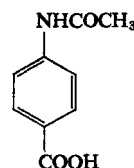
Ger. Pat., 2556590, (1976); CA, 85, 160115.

对乙酰氨基苯甲酸

00160

p-Acetamidobenzoic acid

[556-08-1]

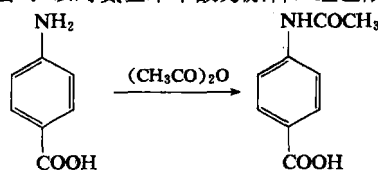


$C_9H_9NO_3 = 179.18$

白色片状结晶。熔点256.5℃。溶于乙醇, 难溶于水和乙醚。

生产方法

方法1: 以对氨基苯甲酸为原料, 经乙酰化而得:



将对氨基苯甲酸溶于乙酸乙酯, 搅拌下加入乙酐, 温度升至70℃。然后冷却过滤, 水洗二遍, 再用乙醇结晶而得成品。

方法2: 以对甲苯胺为原料, 经乙酰化、氧化而得。乙酰化仍用乙酐为原料, 氧化用高锰酸钾, 氧化温度为60—70℃。

用于有机合成。

《全国化工产品目录》(1986) 编号 J0126159。

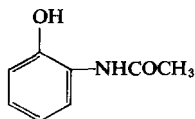
参考文献

Beil., 14, 432; 14 (3), 1112.

邻乙酰氨基酚

o-Acetamidophenol

00170
[614-80-2]



$C_8H_9NO_2 = 151.17$

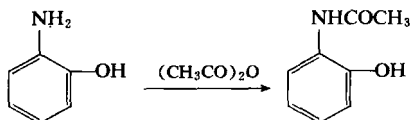
2-乙酰氨基酚, 邻羟基乙酰苯胺;

2-Acetaminophenol,

o-Hydroxyacetanilide

白色结晶或粉末。熔点209℃。能溶于热水及乙醇, 微溶于冷水。

生产方法 将邻氨基酚、乙酸及乙酐混合(即有结晶出现), 然后直接在火上加热至全部溶解, 停止加热, 冷却, 用水冲稀, 析出结晶滤干, 以70—80℃的乙醇重结晶而得成品:



用于有机合成, 制药工业(抗肿瘤新药噻啉苯芥的中间体), 也用作过氧化氢的稳定剂。

《全国化工产品目录》(1986) 编号 J0117139。

生产厂 上海第十二制药厂、北京化工厂。

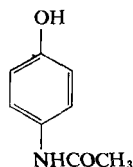
参考文献

Beil., 13, 370; 13 (2), 778.

对乙酰氨基酚

p-Acetamidophenol

00180
[103-90-2]



$C_8H_9NO_2 = 151.17$

对羟基乙酰苯胺, 扑热息痛, 醋氨酚;

p-Acetaminophenol,

N-Acetyl- *p*-aminophenol,

p-Hydroxyacetanilide,

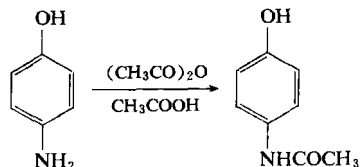
Acetaminophen,

APAP,

4-Hydroxyacetanilide

从乙醇中得棱柱体结晶。熔点169—171℃, 相对密度1.293 (21/4℃)。能溶于乙醇、丙酮和热水, 难溶于水, 不溶于石油醚及苯。无气味, 味苦。饱和水溶液 pH 值为5.5—6.5。

生产方法 对氨基酚乙酰化而得:



方法1: 将对氨基酚加入稀乙酸中, 再加入冰醋酸, 升温至150℃反应7小时, 加入乙酐, 再反应2小时, 检查终点, 合格后冷却至25℃以下, 甩滤, 水洗至无乙酸味, 甩干, 得粗品。

方法2: 将对氨基酚、冰醋酸及含酸50%以上的酸母液一起蒸馏, 蒸出稀酸的速度为每小时馏出总量的十分之一, 待内温升至130℃以上, 取样检查对氨基酚残留量低于2.5%, 加入稀酸(含量50%以上), 冷却结晶。甩滤, 先用少量稀酸洗涤, 再用大量水洗至滤液接近无色, 得粗品。

方法1的收率为90%, 方法2的收率为90—95%。

精制方法: 将水加热至近沸时投入粗品。升温至全溶, 加入用水浸泡过的活性炭, 用稀乙酸调节至 pH4.2—4.6, 沸腾10分钟。压滤, 滤液加少量重亚硫酸钠。冷却至20℃以下, 析出结晶。甩滤, 水洗, 干燥得原料药扑热息痛成品。

其他的生产方法还有: (1) 在冰醋酸中用锌还原对硝基苯酚, 同时乙酰化得到对乙酰氨基酚; (2) 将对羟基苯乙酮生成的腈, 置于硫酸酸性溶液中, 加入亚硝酸钠, 转位生成对乙酰氨基酚。

本品为解热镇痛药, 国际非专有药名为 Paracetamol。它是最常用的非抗炎解热镇痛药, 解热作用与阿司匹林相似, 镇痛作用较弱, 无抗炎抗风湿作用, 是乙酰苯胺类药物中最好的品种。特别适合于不能应用羧酸类药物的病人。用于感冒、牙痛等症。

对乙酰氨基酚也是有机合成中间体, 过氧化氢的稳定剂, 照相化学药品。

毒性: 小鼠(经口) LD₅₀ = 640毫克/公斤, 大鼠为 3.7克/公斤。RTECS[®] AE 4200000.

《全国化工产品目录》(1986) 编号 L0201001。

生产厂 吉林辽源市制药一厂、汕头市化工二厂、兰州合成药厂、温州制药厂、鞍山第一制药厂、天津新新药业、无锡第一制药厂、北京第二制药厂、辽宁锦州制药厂、兰州制药厂、广东湛江药厂。

参考文献

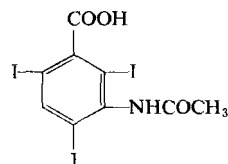
Beil., 13, 460; 13 (3), 1056.

Merck Index, 39.

醋碘苯酸

3-Acetamido-2, 4, 6-triiodo benzoic acid

00190
[85-36-9]



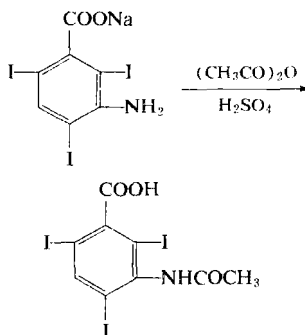
$C_9H_6I_3NO_3 = 556.91$

3-乙酰氨基-2, 4, 6-三碘苯甲酸;

Acettrizic acid

白色结晶粉末, 溶于水。熔点278—283℃。

生产方法 3-氨基-2, 4, 6-三碘苯甲酸钠乙酰化而得:



先后将乙酰、硫酸加入反应罐, 冷却至40℃后加入3-氨基-2, 4, 6-三碘苯甲酸钠。升温, 于80℃反应3小时, 冷却至室温, 甩滤, 用蒸馏水洗, 得醋碘苯酸粗品。将粗品加水, 用EDTA搅拌1小时, 过滤, 用水冲洗4次。再将醋碘苯酸加入罐内, 用氨水调节pH至8.5。过滤, 用95%乙醇反复泡洗, 滤去乙醇, 得醋碘苯酸铵。将其溶解于蒸馏水, 加活性炭脱色过滤, 滤液用3N盐酸调节pH至1, 再过滤, 用50℃热蒸馏水洗至无氯离子, 烘干, 得醋碘苯酸。

用途 造影剂, 适用于肾盂、尿道、膀胱, 以及心血管造影。RTECS[®] DG 0887000。

也可用其钠盐: 醋碘苯酸钠 [129-63-5], 熔点278—283℃ (分解)。RTECS[®] DG 0888000。

参考文献

Merck Index, 73.

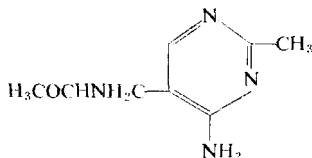
Wallingford et al., *J. Am. Chem. Soc.*, **74**, 4365 (1952).

Schmid, H. W., *Pharm. Acta Helv.*, 1971, **46**, 210.

5-乙酰胺甲基-4-氨基-2-甲基嘧啶

00200

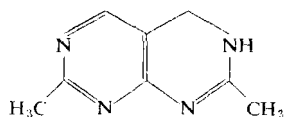
5-Acetaminomethyl-4-amino-2-methyl pyrimidine



$C_8H_{12}N_4O = 180.21$

本品为维生素B₁的中间体。工业品为淡黄色固体, 含量70%以上。

生产方法 在甲醇钠与甲醇的溶液中, α -二甲氧甲基- β -甲氧基丙腈与盐酸乙脒反应, 生成双环化合物:



然后在搅拌下水解而得, 工艺过程如下:

在反应罐中加入甲醇钠溶液及无水甲醇, 使稀释到22%左右, 冷却至10—15℃, 依次加入甲酸乙酯、 α -二甲氧甲基- β -甲氧基丙腈、盐酸乙脒。加料后内温自动下降至-10℃左右, 然后逐渐上升, 控制第一小时内回升至12℃, 第二小时内至24℃, 第三小时66℃, 在66—70℃回流1小时回收甲醇 (先常压, 后减压)。回收毕, 加水, 减压蒸出低沸物。然后在98—100℃水解40分钟, 冷至0—5℃以下, 过滤得产品。

原料消耗定额 (公斤/吨): α -二甲氧甲基- β -甲氧基丙腈 (94%) 1300; 盐酸乙脒 (90%) 2600; 甲醇钠 (27%) 4500; 甲醇 (99.5%) 1500。

《全国化工产品目录》(1986) 编号 C0302080。

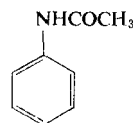
生产厂 上海第二制药厂、东北制药总厂。

乙酰苯胺

00210

Acetanilide

[103-84-4]



$C_8H_9NO = 135.17$

退热冰;

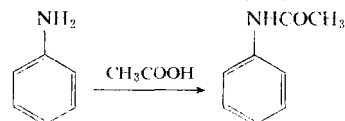
N-Phenylacetamide,

Acetanilide,

Acetylaminobenzene

白色片状结晶, 在水中再结晶析出呈正交晶片状。熔点114.3℃, 沸点304℃, 相对密度1.2190 (15/4℃)。略有苯胺及乙酸气味。易溶于热水、醇、醚、氯仿、丙酮、甘油和苯。碱性很弱。遇酸或碱性水溶液易分解成苯胺及乙酸。

生产方法 由苯胺经乙酸乙酰化而得:



将苯胺和冰醋酸 (过量100%) 置于带夹套的搪玻璃反应器内, 回流6—14小时直至无游离苯胺为止。若用稀乙酸, 则反应温度为150—160℃, 反应结束后趁热过滤, 除去残渣, 滤液冷却、结晶, 离心过滤, 水洗并干燥, 即得产品。也可采用乙酰作酰化剂, 反应在苯溶液中进行, 乙酰过量150%。

操作示例1 将四只反应罐成梯形排列, 最高一只反应罐装有分馏柱。苯胺从分馏柱顶部连续加入, 回收乙酸与苯胺混合物从第二只反应罐连续加入, 乙酸从第三只反应罐连续加入。控制不同的反应温度 (第三只为160—170℃, 第四只为200—210℃), 使乙酸与苯胺进行气液相对流反应, 反应生成的水从分馏柱顶部蒸出, 乙酰化物流入第四只反应罐, 再抽入蒸馏罐, 减压蒸出未转化的苯胺及乙酸, 反应产物经冷却成片状, 得乙酰苯胺。

重量配料比: 苯胺: 乙酸 = 1: (0.65—0.70)。

收率99.5%。