

李少聪◎编著

化学指示剂与 生物染色剂制备手册

HUAXUE ZHISHIJI YU
SHENGWU RANSEJI ZHIBEI
SHOUCE

中国石化出版社
[HTTP://WWW.SINOPEC-PRESS.COM](http://WWW.SINOPEC-PRESS.COM)

化学指示剂与生物染色剂制备手册

李少聪 编著

中國石化出版社

内 容 提 要

本书主要收集介绍了有机化学试剂领域中的指示剂（含特效试剂）和生物染色剂名称、分子结构式、理化性质、质量指标等基础数据，同时从实用的角度出发，在制备工艺上提供了合成路线、制备方法、提纯方法和中间控制及注意事项，其中部分品种中还含有相应的中间体制备。

本书可供化学试剂、染料和相关有机合成领域的工程技术人员参考之用。

图书在版编目(CIP)数据

化学指示剂与生物染色剂制备手册/李少聪编著。
—北京：中国石化出版社，2015.4
ISBN 978 - 7 - 5114 - 3179 - 0

I . ①化… II . ①李… III . ①化学试剂 - 制备 - 手册
②染色剂 - 制备 - 手册 IV . ①TQ421 - 62②③TQ610.4 - 62

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2015)第 014913 号



未经本社书面授权，本书任何部分不得被复制、抄袭，或者以任何形式或任何方式传播。版权所有，侵权必究。

中国石化出版社出版发行

地址：北京市东城区安定门外大街 58 号

邮编：100011 电话：(010)84271850

读者服务部电话：(010)84289974

<http://www.sinopec-press.com>

E-mail：press@sinopec.com

北京柏力行彩印有限公司印刷

全国各地新华书店经销

*

787 × 1092 毫米 16 开本 38 印张 934 千字

2015 年 5 月第 1 版 2015 年 5 月第 1 次印刷

定价：116.00 元

前　　言

化学试剂品种的体系十分庞大，其中的有机化学试剂产品由于品种门类繁多、批量较小，加上其中许多产品的合成路线过于繁琐复杂，及其市场经济因素的制约，导致目前相关制造工艺方面的专业书籍较为罕见。部分品种的文献更由于命名体系的多样性，及其在科学领域和工程应用上的各自表述不同的原因，只能散见于众多的主流和非主流专业刊物中，给众多的生产者带来诸多的不便。此为编写本书的缘由。

本书由二部分构成，上篇主要以化学指示剂（含特效试剂）为主，下篇则为若干生物染色剂。

由于部分所选化学试剂，同时兼具化学指示剂和生物染色剂的双重应用功能，虽然各自的质量指标差异很大，出于生产工艺角度的考虑，分别安排在化学指示剂和生物染色剂中，同时在该产品的用途栏中加以注明。

部分产品中安排了中间体的制造工艺，并不意味着该产品必须从基础原料出发，合成中间产物后，进一步得到目标产物，仅仅在一定意义上告诉读者，该产品所选合成路线的一个流程走向。事实上许多在产化学中间体，工业化条件下合成得到的产品质量，由于工艺上的诸多因素，远较自行小规模合成时的质量为佳。只有当市场上短缺或无法满足特定要求时，才能选用本书的合成方法，或选用其他文献所提供的合成方法。

尤其值得注意的是，本书每个品种制备过程中所列原料或中间体的近似物质的量（摩尔数）及其相对摩尔比并非是最终的最佳量值。由于每个人的技术阅历或课题的实践条件，均有可能受到各方面因素的制约，只能说明这里提供的数据，仅仅是参与反应的各反应产物相互之间，在一定范围内的参考量值。同样的道理，书中所表述的反应条件亦如此。只有灵活应变，辩证地看问题，通过举一反三，才能达到理想的彼岸境界。

为了方便读者进一步查阅和回溯相关的文献资源，若干品种篇末除所编写过程中曾参阅过的文献资料外，本书特增加一个延伸阅读，用以区别上述文献，主要是尽可能多地为读者提供该品种的上、下游有一定参考价值的基础数据和关联性的文献资源，以满足广大读者的需求，达到开拓视野的目的。部分品种

结构式的右端所标出的 C. I. 编号，为《染料索引》一书的编号，据此，亦可进一步获得该品种相关文献的重要信息。

为了节约篇幅，书中部分品种中某些相同的合成反应过程(如苯胺的重氮化反应，在多个品种中重复出现)和中间控制及注意事项，除在一个品种中详细描述外，其余品种在文字上采取了节略，并加以适当的注明。同时，各个品种中相关的参考文献，除注明外，不再一一列出，统一集中于书末的主要参考书目中。

本书是编者在温州试剂化工厂工作期间搜集到的资料和多方实践的基础上综合整理编写而成的。同时应说明的是：编者对其编写过程所参考引用的部分文献，有着诸多前辈专家和同仁的许多工作成果。借鉴之余，在此表示十分的感激和敬意。由于编者才学浅薄，书中谬误与不妥之处难免多处凸现，敬请识者不吝赐教为盼！

编者

2015 年于温州八仙楼

目 录

上篇 化学指示剂 (含特效试剂)

A 重氮化-偶合类型

A1 单偶氮类型	(3)
A1 - 01 乙基红	(3)
A1 - 02 乙基橙	(4)
A1 - 03 二甲苯胺蓝Ⅱ	(6)
A1 - 04 二甲基黄	(9)
A1 - 05 丙基红	(11)
A1 - 06 甲基红	(12)
A1 - 07 甲基橙	(15)
A1 - 08 对乙氧基柯衣定	(18)
A1 - 09 对二甲替氨基苯偶氮苯胂酸	(19)
A1 - 10 对苯基偶氮二苯胺	(22)
A1 - 11 对苯磺酸钠偶氮邻苯二酚	(23)
A1 - 12 对氨基偶氮苯	(25)
A1 - 13 4-(对硝基苯偶氮)邻苯二酚	(26)
A1 - 14 对磺基苯偶氮变色酸三钠	(28)
A1 - 15 达旦黄	(29)
A1 - 16 4-(2-吡啶偶氮)间苯二酚	(33)
A1 - 17 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚	(34)
A1 - 18 间甲基红	(36)
A1 - 19 间苯二酚黄	(38)
A1 - 20 苯甲酸偶氮 R 盐	(39)
A1 - 21 苯并三氮唑	(41)
A1 - 22 苯基-1-萘胺偶氮邻苯甲酸	(42)
A1 - 23 钨试剂	(44)
A1 - 24 变色酸 2B	(47)
A1 - 25 柯衣定	(49)
A1 - 26 茜素黄 GG	(50)
A1 - 27 茜素黄 R(钠盐)	(52)
A1 - 28 荧光镓试剂	(54)
A1 - 29 钙-羧酸	(56)
A1 - 30 镉试剂 I	(58)
A1 - 31 镉试剂 II	(60)
A1 - 32 镉试剂 III	(62)
A1 - 33 镉试剂 IV	(64)
A1 - 34 萘 红	(66)
A1 - 35 萘胺棕	(68)
A1 - 36 1-萘胺-4-偶氮苯对磺酸	(69)
A1 - 37 黄光酸性亮橙 G	(70)
A1 - 38 铬红 B	(73)
A1 - 39 铬坚牢绿	(75)
A1 - 40 铬黑 A	(77)
A1 - 41 铬黑 T	(79)
A1 - 42 铬黑 PV	(82)
A1 - 43 铬蓝 SE	(84)
A1 - 44 铬蓝黑 B	(87)
A1 - 45 铬蓝黑 R	(89)
A1 - 46 偶氮胂 I	(93)
A1 - 47 偶氮氯膦 I	(95)
A1 - 48 1-(1-羟基-4-甲基-2-苯偶氮)-2-萘酚-4-磺酸	(97)
A1 - 49 4-羟基偶氮苯	(99)
A1 - 50 8-羟基喹啉-5-偶氮苯-4'-	-

磺酸	(100)	A2 - 11	偶氮胂Ⅲ	(161)	
A1 - 51	8 - 羟基喹啉 - 5 - 偶氮 - 4' - 萘 磺酸	(102)	A2 - 12	偶氮胂 M	(163)
A1 - 52	硝氯黄	(103)	A2 - 13	偶氮酚	(165)
A1 - 53	锆试剂	(105)	A2 - 14	偶氮氯膦Ⅲ	(167)
A1 - 54	锌试剂	(106)	A2 - 15	偶氮羧Ⅲ	(169)
A1 - 55	4 - [(5 - 氯 - 2 - 吡啶) - 偶氮] - 1,3,-二氨基苯	(109)	A2 - 16	偶氮磺Ⅲ	(171)
A1 - 56	蒽醌 - 1 - 偶氮 - 4 - 二甲基 苯胺	(112)	A2 - 17	硝基磺酚 K	(173)
A1 - 57	2 - [(5 - 溴 - 2 - 吡啶) - 偶氮] - 5 - 二乙氨基苯酚	(113)	A2 - 18	硝基磺酚 M	(177)
A1 - 58	1 - (6 - 溴 - 2 - 苯并噻唑偶氮) - 2 - 萘酚	(115)	A2 - 19	硝基磺酚 S	(180)
A1 - 59	酸性间胺黄	(118)	A2 - 20	氯磺酚 S	(182)
A1 - 60	酸性铬深蓝	(119)	A2 - 21	喇砜固黑 F	(184)
A1 - 61	酸性铬蓝 K	(121)	A2 - 22	羧硝偶氮	(187)
A1 - 62	H - 酸偶氮间苯二酚钠	(123)	A2 - 23	镉试剂	(188)
A1 - 63	镁试剂 I	(125)	A2 - 24	镉试剂 2B	(190)
A1 - 64	镁试剂 II	(127)			
A1 - 65	橙黄 I	(129)			
A1 - 66	橙黄 II	(130)			
A1 - 67	橙黄 IV	(132)			
A1 - 68	橙黄 G	(134)			
A1 - 69	磺硝偶氮	(135)			
A2 多偶氮类型	(138)				
A2 - 01	二氨基绿 B	(138)	B1 - 01	二甲酚橙	(193)
A2 - 02	对二硝基偶氮磺Ⅲ	(141)	B1 - 02	儿茶酚紫	(195)
A2 - 03	刚果红	(144)	B1 - 03	甘氨酸邻甲酚红	(196)
A2 - 04	苯并红紫 4B	(146)	B1 - 04	甲酚红	(198)
A2 - 05	邻羧基偶氮胂Ⅲ	(147)	B1 - 05	甲基百里香酚蓝络合指示剂	(199)
A2 - 06	芪偶氮	(149)	B1 - 06	四碘酚磺酞	(202)
A2 - 07	变色酸偶氮二安替比林	(151)	B1 - 07	四溴酚酞	(204)
A2 - 08	钙色素	(154)	B1 - 08	半二甲酚橙	(205)
A2 - 09	亮 黄	(156)	B1 - 09	百里香酚蓝	(207)
A2 - 10	偶氮胂 II	(158)	B1 - 10	百里香酚酞	(208)
		B1 - 11	百里酚酞络合指示剂	(209)	
		B1 - 12	邻甲酚酞	(211)	
		B1 - 13	邻甲酚酞络合指示剂	(212)	
		B1 - 14	间甲酚紫	(214)	
		B1 - 15	苯酚红	(216)	
		B1 - 16	结晶紫	(218)	
		B1 - 17	酚 酚	(220)	
		B1 - 18	酚酞络合指示剂	(222)	
		B1 - 19	1 - 萘酚酞	(224)	

B1 - 20	铝试剂	(225)
B1 - 21	铬(媒染)天青 S	(227)
B1 - 22	搔洛铬亮紫 RS	(229)
B1 - 23	氯酚红	(230)
B1 - 24	溴甲酚紫	(232)
B1 - 25	溴甲酚绿	(233)
B1 - 26	溴百里酚蓝	(234)
B1 - 27	溴酚红	(236)
B1 - 28	溴酚蓝	(237)
B1 - 29	溴氯酚蓝	(239)
B1 - 30	碱蓝 6B	(240)

C 氧蒽及二氮蒽类型

C1 - 01	乙基罗丹明 B	(243)
C1 - 02	2',7'-二氯荧光素	(244)
C1 - 03	4,5-二溴荧光素	(245)
C1 - 04	丁基罗丹明 B	(246)
C1 - 05	甲基钙黄绿素	(248)
C1 - 06	四碘荧光素钾	(250)
C1 - 07	四氯荧光素	(251)
C1 - 08	四氯四溴荧光素钠盐	(253)
C1 - 09	对二甲氨基苯基荧光酮	(254)
C1 - 10	邻苯三酚红	(256)
C1 - 11	邻羟基苯基荧光酮	(257)
C1 - 12	苯基荧光酮	(258)
C1 - 13	罗丹明 B	(261)
C1 - 14	茜素紫	(262)
C1 - 15	荧光素	(264)
C1 - 16	钙黄绿素	(265)
C1 - 17	溴焦性没食子酸红	(268)
C1 - 18	曙红 Y(水溶性)	(269)
C1 - 19	曙红 Y(醇溶性)	(270)
C1 - 20	中性红	(272)
C1 - 21	亚甲基蓝	(273)
C1 - 22	树脂天青	(275)

C1 - 23	藏红 T	(277)
D1 - 01	邻硝基苯酚	(280)
D1 - 02	间硝基苯酚	(282)
D1 - 03	对硝基苯酚	(283)
D1 - 04	2,4-二硝基苯酚	(286)
D1 - 05	2,5-二硝基苯酚	(287)
D1 - 06	2,6-二硝基苯酚	(288)
D1 - 07	4-氯间苯二酚	(290)
D1 - 08	焦性没食子酸	(291)
D1 - 09	对氨基苯酚	(293)
D1 - 10	1,2-二羟基苯-3,5-二磺酸钠	(295)
D1 - 11	玫瑰红酸钠	(297)
D1 - 12	醌氢醌	(298)
D1 - 13	亚硝基红盐	(299)
D1 - 14	乙二醛缩双(邻氨基酚)	(301)
D1 - 15	2,6-二氯靛酚钠	(302)
D1 - 16	姜黄素	(303)
D1 - 17	茜素络合指示剂	(304)
D1 - 18	茜素磺酸钠	(306)
D1 - 19	1-羟基-4-对甲苯胺蒽醌	(310)
D1 - 20	4-甲基七叶亭	(311)
D1 - 21	对氨基二甲替苯胺盐酸盐	(312)
D1 - 22	对氨基苯乙酮	(314)
D1 - 23	二苯胺-4-磺酸钠	(315)
D1 - 24	二苯胺磺酸钡	(316)
D1 - 25	亚硝酸试剂	(318)
D1 - 26	4,4'-四甲替二氨基二苯甲烷	(318)
D1 - 27	凡拉明蓝	(320)
D1 - 28	3,3'-二氨基联苯胺四盐酸盐	(322)
D1 - 29	紫脲酸铵	(324)
D1 - 30	2,6-二氯醌氯亚胺	(325)
D1 - 31	氯替醌亚胺	(327)
D1 - 32	1,1'-二蒽醌亚胺	(328)

D 其他类型

D1 - 33	4,4' - 联萘胺	(329)	D1 - 68	α - 联苯酰二肟	(381)
D1 - 34	铜铁试剂	(331)	D1 - 69	靛红 - 3 - 肇	(382)
D1 - 35	新铜铁试剂	(333)	D1 - 70	糠醛肟	(383)
D1 - 36	苯甲酰替苯替羟胺	(335)	D1 - 71	二安替比林甲烷	(384)
D1 - 37	肉桂酰替苯替羟胺	(336)	D1 - 72	二硫代二安替比林甲烷	(385)
D1 - 38	苯 肧	(338)	D1 - 73	罗丹宁	(387)
D1 - 39	2,4 - 二硝基苯肼	(339)	D1 - 74	对二甲替氨基亚苄基罗丹宁	(388)
D1 - 40	3 - 氨基苯二甲酰肼	(340)	D1 - 75	8 - 羟基喹啉	(389)
D1 - 41	对称二苯氨基脲	(343)	D1 - 76	8 - 羟基喹哪啶	(392)
D1 - 42	双硫腙	(344)	D1 - 77	8 - 羟基喹啉 - 5 - 磺酸	(393)
D1 - 43	均二苯基卡巴腙	(346)	D1 - 78	8 - 羟基 - 7 - 碘喹啉 - 5 磺酸	(394)
D1 - 44	二 - 1 - 萘基硫代偶氮碳酰肼	(347)	D1 - 79	5,7 - 二溴 - 8 - 羟基喹啉	(395)
D1 - 45	对称二苯硫脲	(349)	D1 - 80	喹哪啶酸	(397)
D1 - 46	S - 苄基硫脲盐酸盐	(350)	D1 - 81	5,6 - 苄并喹啉	(398)
D1 - 47	硝酸试剂	(351)	D1 - 82	茜素蓝	(399)
D1 - 48	氯胺 T	(353)	D1 - 83	2,2' - 联喹啉	(401)
D1 - 49	磺基水杨酸	(354)	D1 - 84	2 - 氨基吡啶	(402)
D1 - 50	3,4 - 二羟基苯甲酸	(356)	D1 - 85	苯并咪唑	(403)
D1 - 51	3,5 - 二硝基苯甲酸	(357)	D1 - 86	2 - 硫基苯并咪唑	(404)
D1 - 52	3,5 - 二硝基苯甲酰氯	(358)	D1 - 87	邻菲啰啉	(405)
D1 - 53	扁桃酸	(359)	D1 - 88	5 - 硝基 - 1,10 - 菲啰啉	(408)
D1 - 54	对氯扁桃酸	(361)	D1 - 89	铋试剂 I	(409)
D1 - 55	苯替邻氨基苯甲酸	(364)	D1 - 90	铋试剂 II 钾盐	(410)
D1 - 56	2,2' - 二羧基二苯胺	(366)	D1 - 91	靛 红	(411)
D1 - 57	二乙替二硫代氨基甲酸钠	(367)				
D1 - 58	二乙基二硫代氨基甲酸银	(368)				
D1 - 59	氨三乙酸	(369)				
D1 - 60	乙二胺四乙酸二钠	(370)				
D1 - 61	丙酮肟	(372)	A3	单偶氮类型	(415)
D1 - 62	丁二酮肟	(373)	A3 - 01	甲氧基黄叱精	(415)
D1 - 63	紫尿酸	(375)	A3 - 02	对羟基苯偶氮邻苯甲酸	(416)
D1 - 64	对苯醌二肟	(376)	A3 - 03	丽春红 2R	(418)
D1 - 65	水杨醛肟	(378)	A3 - 04	苋菜红	(419)
D1 - 66	苯甲羟肟酸钾	(379)	A3 - 05	花青酸性蓝	(421)
D1 - 67	α - 苯偶姻肟	(380)	A3 - 06	苏丹 I	(423)

下篇 生物染色剂

A 重氮化 - 偶合类型

A3	单偶氮类型	(415)
A3 - 01	甲氧基黄叱精	(415)
A3 - 02	对羟基苯偶氮邻苯甲酸	(416)
A3 - 03	丽春红 2R	(418)
A3 - 04	苋菜红	(419)
A3 - 05	花青酸性蓝	(421)
A3 - 06	苏丹 I	(423)

A3 - 07	苏丹 II	(424)
A3 - 08	苏丹红 G	(426)
A3 - 09	苏丹棕	(428)
A3 - 10	灿烂丽春红 5R	(429)
A3 - 11	玫瑰桃红 R	(430)
A3 - 12	固红 VR	(432)
A3 - 13	固黄	(433)
A3 - 14	变色酸 6B	(435)
A3 - 15	变色酸 2R	(436)
A3 - 16	健那绿 B	(438)
A3 - 17	健那黑	(439)
A3 - 18	酒石黄	(441)
A3 - 19	铬紫 B	(443)
A3 - 20	偶氮荧光桃红	(446)
A3 - 21	偶氮桔梗 R(A)	(448)
A3 - 22	淡红 A	(449)
A3 - 23	滂酰胭脂红 2B	(451)
A3 - 24	滂酰紫 6R	(453)
A3 - 25	酸性紫	(455)
A3 - 26	噻嗪红 R	(456)
A4	多偶氮类型	(459)
A4 - 01	比布列西猩红(水溶)	(459)
A4 - 02	卡拉唑黑 E	(461)
A4 - 03	卡拉唑黑 R	(464)
A4 - 04	卡拉唑蓝	(466)
A4 - 05	丽春红 S	(468)
A4 - 06	苏丹 III	(471)
A4 - 07	苏丹 IV	(472)
A4 - 08	苏丹黑 B	(474)
A4 - 09	灿烂紫茜素	(476)
A4 - 10	苯并天青	(478)
A4 - 11	固紫酱 GBC 盐	(480)
A4 - 12	油红 O	(482)
A4 - 13	依文思蓝	(484)
A4 - 14	氨基黑 10B	(486)

A4 - 15	俾士麦棕 R	(489)
A4 - 16	俾士麦棕 Y	(491)
A4 - 17	萘黑蓝 CS	(492)
A4 - 18	偶氮蓝	(495)
A4 - 19	维多利亚绿 G	(497)
A4 - 20	锥 红	(500)
A4 - 21	锥 蓝	(503)
A4 - 22	滂胺天蓝 6BX	(504)
A4 - 23	酸 棕	(506)

B 三芳甲烷类型

B2 - 01	乙基紫	(510)
B2 - 02	子种绿 2G	(511)
B2 - 03	孔雀石绿	(513)
B2 - 04	甲基紫 龙胆紫	(517)
B2 - 05	甲基蓝	(520)
B2 - 06	考马斯亮蓝 G250	(521)
B2 - 07	考马斯亮蓝 R250	(525)
B2 - 08	苋紫	(529)
B2 - 09	灿烂绿	(531)
B2 - 10	沙罗铬天青	(533)
B2 - 11	苯胺蓝(水溶性)	(535)
B2 - 12	苯胺蓝(醇溶性)	(537)
B2 - 13	亮绿 SF(淡黄)	(539)
B2 - 14	萘铬绿	(542)
B2 - 15	维多利亚蓝 B	(544)
B2 - 16	酸性品红	(546)
B2 - 17	碱性品红	(547)

C 氧蒽及二氧蒽类型

C2 - 01	乙基曙红	(550)
C2 - 02	四氯四碘荧光素钠	(551)
C2 - 03	麦尔多拉蓝	(553)
C2 - 04	吡啰红 Y	(554)

C2 - 05	耐尔蓝	(556)	》	C2 - 20	黑色素(醇溶)	(577)
C2 - 06	棓花青	(557)		C2 - 21	碘化中性红	(578)
C2 - 07	曙红 B	(559)		D 其他类型			
C2 - 08	乙酸蓝	(560)		D2 - 01	马汀氏黄	(580)
C2 - 09	偶氮胭脂红 B	(561)		D2 - 02	萘酚黄 S	(581)
C2 - 10	天青 A	(563)		D2 - 03	萘酚绿 B	(583)
C2 - 11	天青 B	(564)		D2 - 04	彬氏绿	(585)
C2 - 12	引杜林	(565)		D2 - 05	金胺	(586)
C2 - 13	甲苯胺蓝	(566)		D2 - 06	萘酚 AS	(587)
C2 - 14	亚甲基绿	(568)		D2 - 07	樱草黄	(589)
C2 - 15	吖黄素盐酸盐	(569)		D2 - 08	靛蓝二磺酸钠	(591)
C2 - 16	吖啶黄	(571)		D2 - 09	红紫素	(592)
C2 - 17	吖啶橙	(573)		D2 - 10	茜素绿	(593)
C2 - 18	硫堇	(575)		主要参考书目..... (596)			
C2 - 19	黑色素(水溶)	(576)					

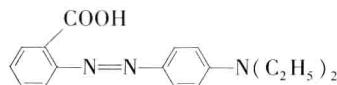
上篇 化学指示剂
(含特效试剂)

A 重氮化 - 偶合类型

A1 单偶氮类型

A1-01 乙基红
ethyl red

结构式：



分子式：C₁₇H₁₉N₃O₂

相对分子质量：297.29

理化性质：猩红色有光泽粉末，或深绿色结晶，溶于醇，不溶于水。

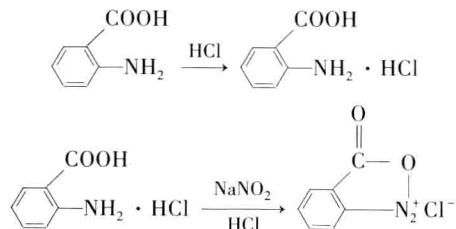
用途：酸碱指示剂，生物染色剂。

参考规格：

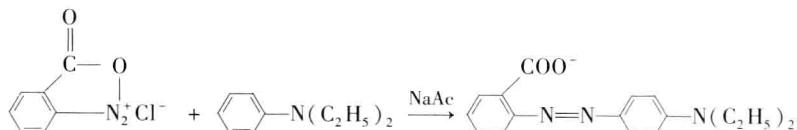
	指示剂
pH 变色范围	(粉红)4.5~6.4(黄)
杂质最高含量/%	
乙醇溶解试验	合格
灼烧残渣	0.20
被溴氧化试验	合格

合成路线：

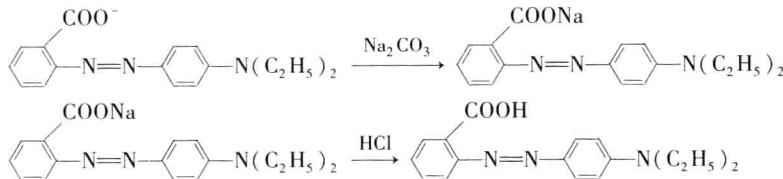
成盐 - 重氮化反应：



偶合反应：



成盐 - 精制：



合成方法：

原料名称	相对分子质量	规格/%	投料量	近似物质的量/mol	相对摩尔比
邻氨基苯甲酸	137.13	99	1010 g	7.29	1
盐 酸	36.46	30	1865mL(2126g)	17.49	2.40
亚硝酸钠	69	98	510g	7.24	0.99
N, N - 二乙基苯胺	149.23	99	1230mL(1153g)	7.65	1.05
乙酸钠	136.08	98	1030g	7.29	1.02
碳酸钠	106	98			
盐 酸	36.46	30			

成盐 - 重氮化反应：邻氨基苯甲酸重氮化反应的具体生产工艺按“甲基红”产品项下的方法制备。盐酸溶液用水稀释至1:1(体积比)，亚硝酸钠配制成30%的水溶液使用，于10L容器中进行反应。

偶合反应：将1230mL(1153g)的N, N - 二乙基苯胺，于搅拌下逐渐加入到上述的重氮化反应体系中。控制偶合反应体系的温度在0 ~ 5℃，同时同步添加配制的30%的乙酸钠溶液，始终使偶合反应体系的pH = 3 ~ 5，直至达偶合反应的终点。

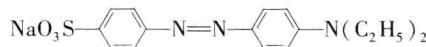
成盐 - 精制：静置过夜，次日将偶合反应产物抽滤，并用纯水洗涤滤饼。抽滤至干后，所得滤饼用30%的碳酸钠溶液逐渐加以溶解，直至达pH = 7 ~ 8，过滤并将滤液用对水成1:1(体积比)的盐酸溶液逐渐酸化至对刚果红试纸呈酸性反应，沉淀产物析出完全后，抽滤至干后的滤饼于70 ~ 80℃条件下烘干，得乙基红的成品。

中间控制及注意事项：

- (1) 重氮化反应部分：参照“甲基红”产品项下的“中间控制及注意事项”。
- (2) 偶合反应的终点是在滤纸上，取小样经盐析后生成的润圈与H酸外指示剂，做润圈交会试验，不再显微红色(重氮盐消失)时为止。偶合反应后的润圈的交会处如仍有显色，说明重氮盐组分存在着过量。
- (3) 偶合反应时，加入乙酸钠，加入量以对刚果红试纸刚呈红色时为止。加入量过少时，不形成结晶产物，过多时，形成不定形体，抽滤时分离母液有困难。
- (4) 碱性条件下偶合，N, N - 二乙基苯胺易成油状物状态析出，应于微酸性条件下偶合反应，强酸性条件下，不会发生偶合反应。

A1 - 02 乙基橙 ethyl orange

结构式：



分子式: C₁₆H₁₈N₃NaO₃S

相对分子质量: 355.34

理化性质: 橙色粉末, 溶于水, 不溶于醇。

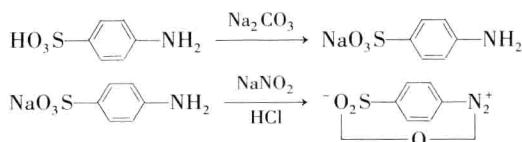
用途: 酸碱指示剂。

参考规格:

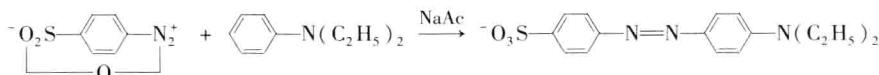
	指示剂
pH 变色范围	(红)3.0~4.5(黄)
灵敏度	合格
杂质最高含量/%	合格
水溶解试验	合格
灼烧残渣	17~20

合成路线:

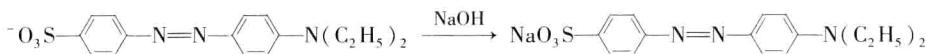
重氮化反应:



偶合反应:



成盐 - 精制:



合成方法:

原料名称	相对分子质量	规格/%	投料量	近似物质的量/mol	相对摩尔比
对氨基苯磺酸	173.84	99	1010g	5.75	1
碳酸钠	106	98	320g	2.96	0.51
亚硝酸钠	69	98	426g	6.05	1.05
盐酸	36.46	30	1380mL(1573g)	12.94	2.25
N, N-二乙基苯胺	149.23	99	975mL(910g)	6.04	1.05
盐酸	36.46	30	660mL(752g)	6.19	1.02 ^①
乙酸钠	136.08	30			
氢氧化钠	40	30			

①对二乙基苯胺计。

重氮化反应: 对氨基苯磺酸重氮化反应的具体生产工艺按“甲基橙”产品项下的方法制备。盐酸溶液的含量调整至10%, 亚硝酸钠配制成30%的水溶液使用。

偶合反应: 于20L非金属敞口容器中, 加入660mL(752g)30%的盐酸溶液和1500mL水组成的稀盐酸溶液, 将975mL(910g)N, N-二乙基苯胺加入, 搅拌至溶解生成盐酸盐后, 加冰降温至5~10℃。加入上一步制取的对氨基苯磺酸重氮盐反应产物, 始终控制偶合反应体系的温度在10~15℃之间, 搅拌的同时, 陆续添加已配制的30%乙酸钠溶液使偶合反应体系的pH=3~5, 直至重氮盐消失时为偶合反应的终点。继续搅拌至乙基橙的沉淀产物析

出完全时为止。抽滤所得沉淀产物为粗制品。

精 制：所得乙基橙滤饼用适量的热水搅拌至溶解后，用 30% 的氢氧化钠溶液中和至 pH = 8~9，加入适量的活性炭加热脱色除杂。趁热过滤后所得的滤液，自然降温至沉淀产物析出完全，抽滤至干，所得滤饼于 40~50℃ 条件下烘干，得乙基橙的成品。

中间控制与注意事项：

(1) 重氮化反应部分：参照“甲基橙”产品项下的“中间控制及注意事项”。

(2) 重氮化反应后，可于低温下将得到的对氨基苯磺酸重氮盐反应产物抽滤，用水洗涤至重氮盐固体不呈酸性反应后，和 N, N-二乙基苯胺盐酸盐的溶液进行偶合反应。当重氮盐固体产物滤出后用于偶合反应时，此时应注意到物料的损耗，调整偶合反应的配料比。

(3) 当采用重氮盐固体产物时，偶合组分同样是先将二乙基苯胺和等物质的量的盐酸生成盐酸盐溶液后使用。

(4) 偶合反应的终点是在滤纸上，分别以小样和 H 酸外指示剂(碱性溶液)做润圈交会试验，以二润圈交会处不再出现微红色(重氮盐消失)时为止，对硝基苯胺重氮盐润圈试验时，以微弱显色表明偶合组分已过量。

(5) 如发现原料对氨基苯磺酸钠中的苯胺含量过高，可考虑用水蒸气蒸馏法去除后精制一次。N, N-二乙基苯胺中的杂质苯胺，如必要也应通过蒸馏法除去杂质。

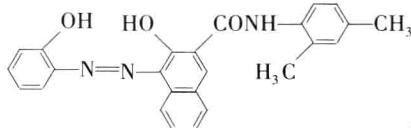
延伸阅读：

[1] 田庆伟. 相转移催化合成 N, N-二乙基苯胺的研究[J]. 染料工业, 1997, 34(2): 26~28

[2] 张莹琪, 李冰. 在微乳体系中合成 N, N-二乙基苯胺[J]. 染料与染色, 2006, 43(3): 37~38, 28

A1-03 二甲苯胺蓝 II xylidyl blue II

结构式：



分子式：C₂₅H₂₁N₃O₃

相对分子质量：411.47

别 名：镁试剂，1-偶氮-2-羟基-3-(2, 4-二甲基碳酰苯胺)-萘-1'-(2'-羟基苯)。

理化性质：红色粉末，其磺酸钠盐即二甲苯胺蓝 I (xylidyl blue I)，为深红色结晶性粉末。熔点 243~246℃。

用 途：金属指示剂，镁的比色测定。

参考规格：

	分析纯
含 量/%	≥70
灵敏度	合 格
杂质最高含量/%	
溶解试验	合 格
灼烧残渣	0.5
有机杂质	合 格