

地方工业丛书

(化工轻工类)

糠醛制糠氨酸

化学工业部上海工作组编



科技卫生出版社

糠醛制糠氯酸（二氯醛基丙烯酸）

一、前 言

上海泰山有机化工厂主要生产糖精，大量副产二氧化錳，今年利用它和糠醛制造磺胺嘧啶的原料中間体糠氯酸，生产規模每月約10吨，下半年將增添設備，月产約48吨。糠氯酸車間設備簡單，皆为木桶和陶瓷缸。

二、产品用途

糠氯酸为磺胺嘧啶藥物的主要原料中間体。我們知道磺胺嘧啶是消炎而无副作用的良好磺胺类藥物。該藥物一向依靠进口。現在我們国内已能生产。估計发展趨勢生产必須將大大增加，因此需要糠氯酸也必然随之增加。糠氯酸可以在生产磺胺嘧啶的工厂中一併制造，亦可以利用生产糠醛的地区制造后供应生产磺胺嘧啶的工厂使用。

三、原 料

1. 糠醛（98%左右）
2. 二氧化錳
3. 鹽酸（31%）

四、主要設備（按目前該廠規模）

1. **陶磁缸**：4只，氧化及氯化反應合用。每只缸高一公尺，直徑0.8公尺（該陶瓷缸可以用木桶替代，木桶可以做得大些，投料量也可加大，並且蒸汽加熱管可放在木桶內，傳熱快些）。缸上有木蓋。蓋上開有：

（1）兩個加料口：一為加二氧化錳的口，一為放分液漏斗滴加糠醛的口。每個口皆附小木蓋。

（2）插溫度計小孔一個。

（3）插攪拌器小孔一個。

（4）通熱蒸汽橡皮管小孔一個（熱蒸汽分兩路通入，一路通入反應缸作為直接加熱，一路通入水浴桶作間接加熱）。

附溫度計一個。

2. **水浴桶**：4只，木製，塗中國漆。套在陶瓷缸外面，作水浴用（可以加冰冷卻，也可以通蒸汽加熱），每只高1.2公尺，直徑1.5公尺（略高於瓷缸）。桶上橫裝木架一個（固定），長度和木桶直徑同，寬約1.5市尺。主要是按放電動攪拌器的馬達。

在水浴桶與反應瓷缸之間，置有直徑4吋的冷卻水管。

附一匹馬力馬達一只及攪拌器一個。

3. **通風櫥**：按裝的位置自反應缸口開始，全高約1.5公尺。大小剛能容納兩只并排的反應缸帶水浴桶。櫥由木板搭成，前面為玻璃窗。櫥內附電動排風裝置一個（或在櫥頂設通風柱通至屋外，進行自然排風）。

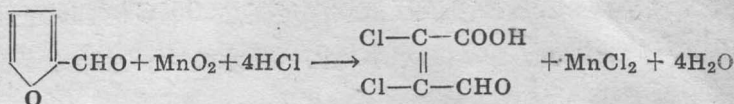
4. **過濾桶**：木製，塗中國漆，作吸濾反應液及洗滌用。桶

內以有孔板隔成上下兩層，以便吸濾。桶上蓋以鐵制傘狀的通风罩，全高約1公尺。通风罩的管子和通风櫺相接。通风罩上開有大孔，以備于操作。過濾桶下端有出水口，旁邊設有抽氣管（和抽氣泵相接，吸濾時用）。

附泵兩只：一為運輸用（或用人工運輸，但注意避免和皮膚接觸），一為抽氣吸濾用。

5. **冰鹽水槽**：在地下設水泥槽一個至二個，製造冰水（冰加鹽）供冷卻用。

五、生產方法



1. **氧化**：先將31%鹽酸秤480公斤倒入反應缸內，裝好攪拌，蓋好缸蓋，然後插好溫度計及分液漏斗。外面木桶中放冰鹽水，然後開動攪拌器使內部鹽酸溫度降至50°C，方可開始加料。

應加入30公斤糠醛及120公斤二氧化錳，但不能一次加入，否則會引起燃燒。因此必須分批加入。每次加入的比例是：二氧化錳4分，糠醛1分。因此每次的重量是：秤糠醛0.5公斤置入分液漏斗中，另外秤取乾燥之二氧化錳2公斤，先將糠醛徐徐滴入鹽酸液中，再將二氧化錳徐徐加入反應中。此二種原料之加入須保持均勻，不能驟快驟慢。每次加完後溫度約上升2~3°C。攪拌一會，待溫度下降，又秤取以上數量之糠醛及二氧化錳，同樣操作，直至全部加完，溫度不能超過20°C。全部

加料時間約10小時，最後攪拌半小時。

2. 氯化：氧化完畢後，就在該鍋內氯化，開動攪拌。在水浴桶中放入小半桶冷水，通入蒸汽（先開得慢，待水浴溫度達 $30\sim40^{\circ}\text{C}$ 時可稍開大些）。當反應液溫度達 55°C 時，外面水浴溫度達 90°C 。於是關去蒸汽，開始再加二氧化錳的52公斤，根據反應液溫度的上升可以控制加入量，如在 $55\sim65^{\circ}\text{C}$ 時可加入11公斤， $95\sim70^{\circ}\text{C}$ 加入36公斤， $75\sim80^{\circ}\text{C}$ 時加5公斤。全部加料時間為1.5~2小時左右。控制溫度在 75°C 左右，整個反應過程應該無特殊氣味。加料完畢後又將水蒸汽通入水浴桶內，提高溫度至 85°C 。將另一根水蒸汽管直接通入反應液內（不可開得很大）。不斷攪拌，至反應液溫度高達 95°C 時即停止通蒸汽，並停止攪拌，立刻將水浴桶內的熱水換去，加冷水及冰逐漸冷卻至 15°C 左右。

3. 過濾及洗滌：將以上棕黃色反應液用泵打入過濾桶內，用抽氣泵吸濾，溶液內為二氯化錳，由桶下端流入水道。沉淀物即為糠氯酸，用冰水洗去鹽酸，冰水用量不能太多，否則糠氯酸會溶解在水內（冰水用量為糠醛原料用量的十分之七）。洗滌後在 $70\sim80^{\circ}\text{C}$ 時進行干燥。

以上幾個操作全部時間16~18小時，得糠氯酸產品約36公斤。

六、消耗定額

每公斤糠氯酸需：

糠醛(98%)	0.83公斤
二氧化錳(70%)	3.32公斤(氧化)

二氧化錳(70%) 1.44公斤(氯化)
鹽酸(31%) 13.3公斤。

七、檢驗方法

目前仅測定熔点及酸度，含量測定法尚在研究。

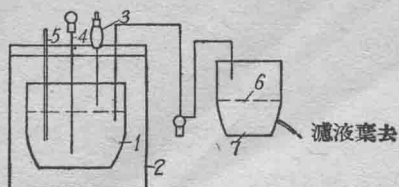
糠氯酸熔点： $120^{\circ}\sim 125^{\circ}\text{C}$ 。

含量規定为98%。

八、操作注意事項

- (1) 倒鹽酸时，帶好口罩，最好帶橡皮手套及橡皮圍身。
- (2) 加料或处理母液时，切勿使皮肤与反应液接触，否則易起泡損伤皮肤。
- (3) 随时注意攪拌情况，用木攪拌器，遇鹽酸易坏，可能折断在缸內，如不注意，反应即被破坏。
- (4) 加二氧化錳时应帶口罩，以免飞入口鼻里。

九、生产流程示意图



(1) 反应缸 (氧化及氯化用)

(2) 浴水桶

(3) 分液漏斗

(4) 攪拌器

(5) 溫度計

(6) 過濾板

(7) 過濾桶

按：照此种設計，每日生产量3~4吨，投資約4000~5000元，建設時間約一个月——上海市化工局生产技術处註。

糖 醛 制 糖 氯 酸

編者 化学工业部上海工作组

*

科技卫生出版社出版

(上海南京西路2004号)

上海市书刊出版业营业许可证出093号

上海大众文化印刷厂印刷 新华书店上海发行所总經售

*

开本 787 × 1092 1/32 • 印張 3 16 • 字数 4,000

1958年10月第1版

1958年10月第1次印刷 • 印数 1—3,000

定价 (6) 0.83元