
上海科学技术出版社出版 新华书店上海发行所总经售 市三印 第三-104号

1959年4月第1版 10月第2次印刷 印张3/16 字数3,000 定价2分

印数 5,001—8,150

·1959

技術革新資料

化學工業
45

上海科學技術出版社出版



對硝基苯乙酮採用鉻酸 氧化省掉分餾設備

上海泰山有機化工厂編

一、前 言

一九五八年是大躍進的一年，我廠全體職工在黨和上級的正確領導下，通過偉大的整風運動，在總路線光輝照耀下，意氣風發、干劲沖天，發揚了苦干、實干、巧干的精神。在本廠黨支部領導下，下放了技術力量，每個車間都有了實驗室，創造了人人都能搞實驗的條件，大鬧技術革命，在工藝改革，大搞土法生產，自力更生，大搞綜合利用，節約原材料等方面取得了不少成績。

我們合羣素中間體對硝基苯乙酮全組同志響應黨的號召，在改進對硝基苯乙酮工藝過程中，本組工人王月泉和技術員唐茂椿等同志夜以繼日的討論研究，在黨支部支持下，失敗了再來，終於改進了對硝基苯乙酮生產工藝，採用鉻酸氧化，省掉分餾設備，破除了書本關於“鄰對硝基乙苯須經分餾后才

能氧化，因邻位是阻碍氧化”等说法，同时提前投入了生产，供给合霉素生产需要。

二、生产流程比较

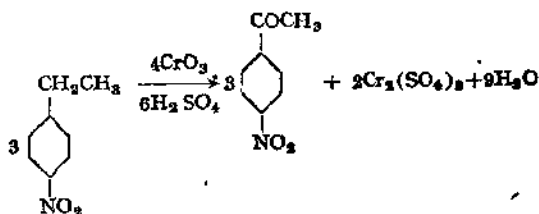
见下页流程图。

三、改进后的工艺过程

1. 配料

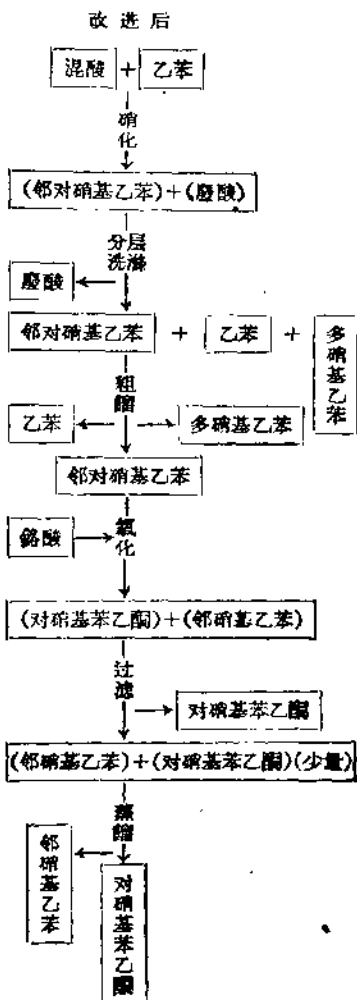
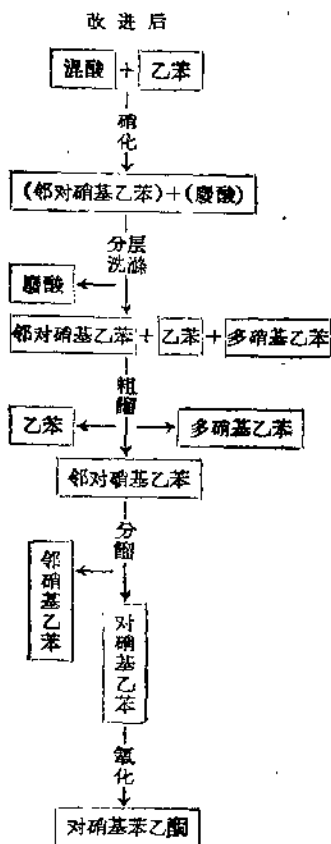
原料名称	规格	重量比
邻对位硝基乙苯	粗馏	1.00
硫酸铜	工业用	0.05
水		1.00
硫酸	98%工业用	1.84
铬酸	工业用	0.70
水(溶解铬酸用)		0.70

2. 反应式



3. 操作

1. 先将水放入反应锅内搅拌，徐徐加入硫酸，加半再加入硫酸铜，使溶解后，冷却至 30°C 下，再加邻对位硝基乙苯。加半后，冷却至 5°C 以下，徐徐滴入铬酸溶液，保持在 0~5°C 之



氧化率比较:

改进前: (KMnO_4)

对位: 40~45%

改进后: (CrO_3)

对位: 80%

对邻位: 35%(即对位 70%)

間，約在1~1 $\frac{1}{2}$ 小時加完(滴加速度快慢，主要決定冷卻情況如何)。加後，再於0~5°C之間攪拌二、三小時，此時反應液轉為綠色，反應已告完畢。再徐徐加入稀釋至酮體與水分離，停止攪拌，用水過濾。濾液留存回收鉻酸，濾出之粗對硝基苯乙酮與未氧化鄰對位硝基乙苯，冷凍至-8°C，經2小時後，用水過濾，濾餅為粗製品對硝基苯乙酮，濾液即為未氧化鄰硝基乙苯。將粗製品對硝基苯乙酮用水沖洗至無綠色止，濾干後得粗酮。

2. 先將二倍量之水放入缸內，用水汀直接加熱至60~70°C，徐徐加入粗酮，在攪拌狀態下，加入適量之純鹼，pH至7~8左右，使對硝基苯甲酸溶解冷卻至室溫，用水過濾，濾餅為去酸後之粗製品對硝基苯乙酮(濾液加酸中和回收對硝基苯甲酸)。粗酮用酒精重結晶，活性炭脫色乘熱過濾，冷卻後結出精酮過濾，在60°C以下干燥之，得純粹對硝基苯乙酮。溶點為78~80°C。

四、經濟效果

對硝基苯乙酮採用鉻酸直接氧化後，可以省去下列主要設備，節約資金，同時也省去許多勞動力：

高壓鍋爐		1座
高真空泵		1台
分餾塔	10公尺 × 650厘米	1座
分餾釜	300升	1台
對位受槽	500升	1台
對鄰位中間受槽	1500升	1台

列管冷却器	2 厘米	1 台
蛇管冷凝器	3.2 厘米	1 台
預热器	3.2 厘米	1 台
回流比		1 台
流量計		1 台
邻对位硝基乙苯受槽	400 升	1 台