

上海科学技术出版社出版 新华书店上海发行所总经售 市五印 册-108号

1959年4月第1版 8月第2次印刷 印张 $\frac{3}{4}$ 字数3,000 定价2分

印数5,001--8,150

1959

化学工业

技术革新资料

上海科学技术出版社出版

9

(油漆染料)

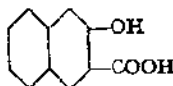


2,3 酸采用二氯化苯脱水

上海泰新染料厂编

一、2,3 酸生产过程简述

2,3 酸 (β -hydroxynaphthoic acid) (2-羟-3 萘甲酸) 是萘酚 AS 类色粉的主要原料, 其结构式为

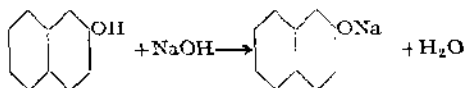


解放后, 由于苏联无私的援助, 沈阳化工研究院首先复制成功。随后, 吉林染料厂和本厂先后于 1958 年投入正式生产, 使一向依赖外国进口之萘酚 AS 开始由国内生产。这是我国染料及印染工业上一项令人兴奋鼓舞的事情, 祇有在共产党的领导下, 才能实现这个理想。

萘酚 AS 是印染颜料等工业大量需要的原料, 但目前的产量还不能满足市场的需要, 而萘酚 AS 的产量主要决定于 2,3 酸的供应, 因此, 如何使 2,3 酸的产量提高, 是我们的主

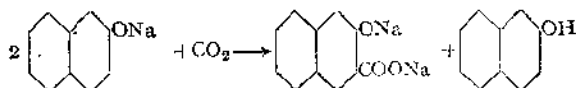
要任务。按原来生产过程,可分以下几步:

1. 制备乙萘酚钠盐:



2. 乙萘酚钠盐脱水成干燥乙萘酚钠盐;

3. 碳酸化成 2,3 酸钠盐,即柯尔布法反应:



4. 2,3 酸钠盐的析出及干燥。

以上反应大部分在高压釜内进行,主要关键在于乙萘酚钠盐的脱水。在碳酸化前,脱水要完全(如干燥效果不好,2,3 酸将不能生成,因此;脱水对整个反应是有决定性因素)。物料干燥后,磨成细粉,并且要保持温度在 250°C 左右,由于粉末的传热不好,过去是采用升压、升温、落热、又逐步放压脱水的办法,工时长而收得率不稳定。

本厂在生产 2,3 酸的初期脱水阶段,可分为四个步骤:

1. 升温升压
2. 升温放压
3. 低真空干燥
4. 高真空干燥

上述四个步骤,每一步都有严格的控制指标,如果控制不当,2,3 酸就不能生成,也即是收得率等于 0,只有很好的掌握,才能生产正常。

二、二氯化苯脫水法应用的过程

为了解决和改进乙萘酚鈉盐脫水問題，厂技术人员，在染料工业公司試驗室协助下，試用二氯化苯作脫水剂得到成功(根据資料：以苯、二氧六环(来源不易)、氯化苯、二甲苯、溶剂油及火油等試驗結果，其中氯化苯及二甲苯沸点較低，对碳酸化反应不利，溶剂油及火油沸点較高，揮发度較小，因此以二氯化苯作为有机溶剂較宜)。主要利用二氯化苯沸点为 182°C 和水不組成共沸溶液。因此升溫不受影响，可以在高溫常压进行脫水，脫水完毕后，剩余少数二氯化苯再行蒸出，使反应物完全适合碳酸化的条件，革新了“柯尔倍法”。但是当时在本厂并没有及时研究采用，主要是由于技术管理思想上沒有解放，感到使用二氯化苯脫水法后物料体积增大，而影响乙萘酚的投料量，操作步骤增加，車間内部又缺少一些輔助设备，溶剂不能及时供应，故长期沒有采用。后来在采用过程中，群众发动得不透，試制了三批，干燥不好，使碳酸化時間延長，情况很不好，立即停止，向困难低了头，恢复了原来46小时的老操作。领导掌握这些情况，要突破技术关，首先必須解放思想，深入发动群众，通过群众的智慧来解决前进中的困难。通过工段會議的討論，大家一致認為有困难，但也有办法的。大家研究出在成盐鍋內分批加入二氯化苯脫水及增加二氯化苯用量，同时統一了操作方法，终于在提高覚悟的基础上解决了以上几个問題，使碳酸化時間大大縮短，达到了原来指标，每批工時縮短到30小时，使生产量比原来提高22%左右。

同时高压釜处理的工時每批縮短8小时，增加高压釜的

利用率25%，也减少了反应中生成树脂副产物，使得量提高，平均产率达到36~38%（指标32%），突破外国文献记载35.5%的记录，使车间的生产量达到了年产400吨，比原有设计提高一倍，增加140万元的产值，为国家节约了一个车间的投资。

利用二氯化苯以后，我们的操作条件有了改变，即将原来脱水的步骤简化为：

1. 升温脱水；
2. 低真空干燥；
3. 高真空干燥。

将原来最难掌握的升温放压阶段取消了，这样给操作带来的优点是物料升温均匀，在最后物料内保证没有水分，最后的馏出物二氯化苯内已不含水。由于二氯化苯的存在，使物料温度均匀不被焦化，树脂物显著减少，二氧化碳和乙萘酚钠盐的反应就加快了。兹将普通法利用二氯化苯脱水法的操作时间比较如下：

序 次	操 作 名 称	普 通 法	二氯化苯脱水法
1	检查设备	0:15	0:15
2	入料	0:15	0:15
3	升压	2:00	脱水3:00
4	放压	7:00	
5	低真空干燥	2:00	3:00
6	高真空干燥	8:00	4:00
7	试验碳酸化	0:30	0:30
8	碳酸化	15:00	14:00
9	蒸馏	6:00	6:00
10	冷却出料	4:00	3:00
	总 計	46~47 小时	34~35 小时

从以上的情况，可以看出二氯化苯脱水法在 2,3 酸生产中是有很大的优点，同时在其他 Kolbe—Schmidt 型的反应中都可以利用，象水杨酸等的生产，采用二氯化苯脱水也可以节约工时。

三、使用中存在的問題和改进办法

在使用中也存在着一些問題，如二氯化苯的損耗較大，每次操作損失約 5~8%。二氯化苯在蒸出时常含有一些其他的雜質不易分离，这些雜質容易引起堵塞，在二氯化苯中混有乙萘酚的和水不易分清，造成損耗或使配料不准。

但以上的問題是可以解决的，如将冷凝器面积增加，容器密閉；二氯化苯的回收，增加一些蒸餾清洗设备等就可能解决。在設計新的車間时可以将二氯化苯脱水法作为主要操作內容，来考虑设备的安排，这样一定可以收到很大的效果。

我們在几个月的操作中，对二氯化苯脱水法的經驗还很少，但注意到这一方法是在我們生产 2,3 酸時間很短的情况下，經過技術人員和生产工人的相結合，領導同志的重視下得出一定的效果，我們可以預料在今后長時期的生产實踐中，我們堅持“三結合”的原則开动腦筋，解放思想，一定能够在这一种方法上得出更完臻的經驗，使我国在染料工业上更提高一步。