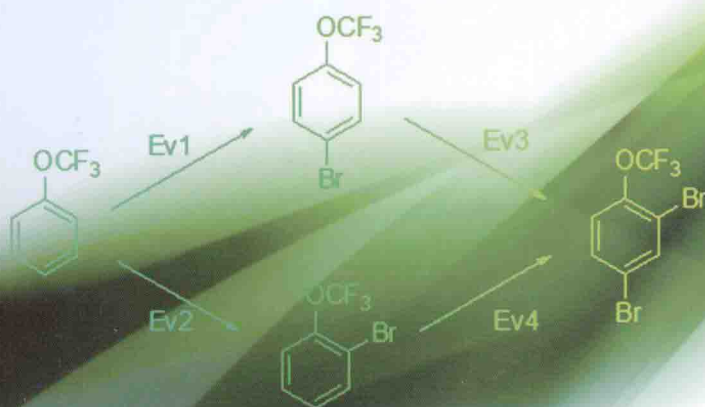




SHIYONG
YOUJI FENLI
GUOCHENG

实用有机分离过程

◆ 陈荣业 著



化学工业出版社

实用有机分离过程

SHIYONG YOUJI FENLI GUOCHENG

◆ 陈荣业 著



化学工业出版社

· 北京 ·

在新的有机化学品工艺研发过程中,简单、合理地构思分离工艺十分重要。因为新化合物的物理性质一般未知且难于求取,这就为其分离工艺构思增加了难度。为了解决在此条件下的分离工艺构思问题,作者经理论分析与实际验证,提出了由分子结构定性地决定其物理性质、在此基础上构思其分离工艺的思路。本书中分类讨论了不同分子结构、不同极性物系的分离套路,内容包括:分离过程概述,分子结构、极性与分子间力,分子结构与物理性质,原料的质量控制与预处理,分离前的准备——淬灭化学反应,酸(碱)性有机化合物的分离,碱性有机化合物的提纯——成盐洗涤法,易挥发组分的分离,固体有机物的提纯,有机盐的分离提纯,化学衍生化法分离产品,手性化合物的分离与提纯,间歇萃取分离过程,气液平衡分离过程,结晶、过滤、洗涤与干燥,吸附与柱层析过程,分离过程的简化,分离过程的时机把握,分离过程的安全控制,分离过程的环境保护。

本书适合从事有机合成的研究开发人员、在校研究生等阅读参考。

图书在版编目(CIP)数据

实用有机分离过程/陈荣业著. —北京:化学工业出版社, 2014. 12

ISBN 978-7-122-21859-9

I. ①实… II. ①陈… III. ①分离-化工过程 IV.

①TQ028

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2014)第 215639 号

责任编辑:戴燕红

文字编辑:孙凤英

责任校对:吴静

装帧设计:韩飞

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

印刷:北京永鑫印刷有限责任公司

装订:三河市宇新装订厂

787mm×1092mm 1/16 印张16¼ 字数394千字 2015年1月北京第1版第1次印刷

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899

网址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价:68.00 元

版权所有 违者必究

分离过程是化学工业不可或缺的重要组成部分，化工原理、分离工程等学科正是为研究和解决分离过程而建立的，其中所述的各种单元操作的基本原理、定量关系为所有化学工作者所关注。

然而任何单一学科均具有一定的适用范围，任何学科的有效应用也都是有条件的，任何学科都需要与具体实践相结合。为了让化工原理、分离工程学科在有机分离实践中发挥更大的指导作用，需要与分子结构等化学理论基础相结合，需要与实际工艺及实践经验相结合，需要将不同的单元操作优化组合。

本书的显著特点就是将有机分离过程理论化、简单化、集成化。

理论化是本书的基础。因为化工原理是以物理化学性质为基础选择单元操作的，然而对于有机新产品来说，其物理化学性质数据难以查找故无法应用。本书是以分子结构为基础的，据此定性地判别新化合物的物性，进而构思分离工艺。这就相当于将化工原理理论向前延伸了十分重要的一步。

简单化是本书的目标。因为用最简单的操作、最廉价的成本实现最大的回收率与合格的质量是分离工艺的核心。为实现预定分离提纯目标，可能有多种方式，然而选择一种最经济的和最佳方式正是作者的初衷。

集成化是本书的特色。在有机分离过程中，一般不是一个单元操作过程就能完成的，往往需要多个分离步骤的组合，然而怎样的组合或集成才是最高效和最简化的，需要在理论和实践的結合中探究出分离提纯的若干套路。

本书共分成四大部分二十章。书中所举实例的工艺框图中的数据为质量比。

第一部分为理论基础篇，由第1~第3章构成。除了简单介绍有机分离过程的基本问题、基本目标、基本概念之外，主要讨论分子结构与极性之间的关系、分子结构及其极性与其物理性质之间的关系。

在此之前的化工原理、分离工程等学科均是以分子的物理性质为基础的，并主要研究物理性质与单元操作条件之间的定量关系。由于新开发产物的物性数据往往未知或难于查找和求取，故以物性数据为基础的理论在应用上极其受限。为了弥补上述不足以满足化学工作者的实际需要，本书补充了分子结构决定物理性质的理论，通过分子结构和适当的分析手段可定性地大体预测其物理性质，因而为分离过程构思提供有效、实用的依据。

第二部分为分离工艺篇，由第4~第12章构成。主要讨论不同结构、不同极性分子的分离工艺，或称不同结构分子的分离套路，是分离过程集成化的具体展开。

分离不同化合物的前提是区别不同的分子结构。此部分正是从不同的分子结构入手研究分离套路的，也正是第一部分理论基础的应用篇，从本部分不同化合物的分类及分离工艺构思中，读者能加深领会分子结构的理论精华并深入理解分离套路的简单易行。这些从

直接经验发源的真知实现了由“感觉”到“理解”的转化，由“感性”到“理性”的飞跃，并会指导之后的实践活动。

第三部分为单元操作篇，由第13~第16章构成。此部分是结合有机分离实际讨论单元操作的，是将化工原理的基础理论与有机化学理论相结合、与有机化学品生产实际相结合的实用性单元操作。

该部分具有三大特点：一是“浓缩”了化工原理的理论与概念，强理解其重点、难点和关键；二是在化工原理理论中揉进了“化学”元素，使若干单元操作变得有规律可循；三是化工原理与有机化学品生产实际的结合，应用其精华，补充其缺失，比较其利弊。

第四部分为总体构思篇，由第17~第20章构成。这是从整个工艺的角度观察分离过程的。如果说第二部分各章是讨论各步反应分离过程的“战役”的话，则此部分就是统筹讨论各步反应分离过程的战略性问题。

因为就某个分离工艺说来，局部合理的设计在全局上观察就未必合理。这既涉及分离过程的简化，又涉及分离时机的选择和把握；既涉及整个工艺的总成本控制，又涉及分离过程的安全生产与环境保护等一系列问题。

总而言之，分子结构决定其极性，分子结构及其极性决定其物理化学性质，按其物理化学性质选择分离工艺是本书的显著特点。毫无疑问，这是将化工原理与有机化学理论相结合、分离过程理论原则与实际经验相结合的产物。在分子结构与分离工艺之间，借助于极性与物理化学性质这一桥梁进行有机地结合，找出一定的规律性并建立了相应的分离方法，且这些集成化的分离套路能涵盖绝大多数有机分离过程。

有机化合物所涉及的分离问题很多。如：何时何处需要分离提纯而何时何处不需要？什么样的分子结构在什么样的体系中选择什么样的分离套路？如何实现分离提纯过程的最简化方式？何时才是分离过程的最佳时机？分离工艺选择的理论依据是什么？分离过程的目标和次序应如何安排？什么样的分离提纯过程易于实现工业化？这一系列人们所关注的问题，恰恰是本书将讨论的。

笔者在大量的有机化学实践中，将分子结构的理论应用于分离工艺过程的实践，从实践经验中总结了若干有机分离工艺的规律，供化工界的同行们借鉴和分享。

受笔者有限的理论水平与实际经验所限，书中定会存在不足，敬请广大读者批评指教，以推进我国有机化学分离过程研究不断地发展和进步。

在本书编写过程中，得到了诸多专家、学者们的支持和帮助。本人衷心感谢中国科学院大连化学物理研究所周业慎研究员、陈慧琳研究员，大连市环境科学研究院鹿政理研究员，金凯美（大连）医药科技有限公司付立民研究员对于本书的审核与文献支持！感谢昊华集团大连化工研究设计院王金福研究员、陈萍研究员对本书的审核和推荐！感谢范莉莉女士、梁丽君女士、李龙先生等在本书整理过程中给予的大力帮助！谢谢各位！

陈荣业

2014年9月于大连

第1章 分离过程概述

1.1 选择分离工艺的一个基础——分子结构	1
1.2 分离提纯的两大目标——回收率与产品质量	3
1.3 分离过程的三大概念——质量守恒、相平衡和分离速率	5
1.3.1 工艺框图与物料衡算	5
1.3.2 相平衡的概念	7
1.3.3 速率分离的概念	9
1.4 有机合成的四个阶段	9
参考文献	12

第2章 分子结构、极性与分子间力

2.1 分子间力、极性与沸点	13
2.1.1 万有引力	13
2.1.2 色散力	13
2.1.3 诱导力	14
2.1.4 氢键	14
2.2 分子内空间诱导效应与空间共振对分子间力的影响	15
2.2.1 分子内空间诱导效应与空间共振的定义	15
2.2.2 空间诱导效应与空间共振的起源与特点	16
2.2.3 空间诱导效应对分子物理化学性质的影响	16
2.3 溶剂极性的评估	19
2.3.1 分子间力与极性的关系	19
2.3.2 溶剂极性比较的若干局限性	19
2.3.3 评价溶剂极性的基本原则	24
2.3.4 比较溶剂极性的经验方法	25
2.3.5 常用溶剂的极性比较	26
2.3.6 溶剂极性排序的重要意义	27
2.4 分子极性评估	27

参考文献	28
------------	----

第3章 分子结构与物理性质

3.1 有机化合物的酸碱性	29
3.1.1 取代基电子效应对酸碱性的影响	30
3.1.2 空间诱导效应对酸碱性的影响	32
3.2 有机化合物的沸点	35
3.2.1 分子间力决定了有机物的沸点	35
3.2.2 空间诱导效应对沸点的影响	35
3.3 有机化合物的熔点	37
3.3.1 分子量对熔点的影响	37
3.3.2 芳香性对熔点的影响	37
3.3.3 结构对称性对熔点的影响	37
3.4 有机物的溶解度	38
3.4.1 影响有机化合物溶解度的基本原理	38
3.4.2 几种常见的溶解规律	40
3.5 有机物的密度	42
参考文献	43

第4章 原料的质量控制与预处理

4.1 原料的可用性评价标准	44
4.1.1 原料可用性不在于其纯度而在于其中有害杂质含量	44
4.1.2 相同原料的不同用途对应不同的标准	45
4.1.3 原料质量标准为其可用性的最低限度	46
4.1.4 原料质量标准应与时俱进	46
4.2 原料的质量控制与预处理	47
4.2.1 原料的质量控制	47
4.2.2 原料的预处理	49
4.3 除水工艺的选择与比较	50
4.3.1 几种常用的工业化除水方式	51
4.3.2 其他除水方法	57
参考文献	58

第5章 分离前的准备——淬灭化学反应

5.1 化学反应淬灭的必要性与常见错误	59
---------------------------	----

5.1.1 在分离过程加入反应活性组分	59
5.1.2 缺少对活性组分的淬灭过程	60
5.1.3 为反应过程提供更高的能量	61
5.2 典型的、常用的淬灭方法及其原理	63
5.2.1 不同活性组分的淬灭试剂	63
5.2.2 淬灭试剂选择的基本原理	63
5.2.3 稀释反应物法淬灭反应	63
5.2.4 淬灭过程的控制要点	64
5.3 若干反应过程的淬灭方法	64
5.3.1 重氮化反应的淬灭	64
5.3.2 傅克反应的淬灭	65
5.3.3 金属有机化合物的淬灭	65
5.3.4 芳烃磺化、混酸硝化反应的淬灭	65
5.3.5 芳烃卤代反应的淬灭	65
5.3.6 碱金属的淬灭	66
参考文献	66

第6章 酸(碱)性有机化合物的分离

6.1 酸、碱性化合物的物性与特点	67
6.2 中和吸附法的发现与特点	68
6.3 中和吸附法的工艺简介	69
6.4 中和吸附法的应用	69
6.5 中和吸附法的比较优势	73
6.6 中和吸附法的其他应用	76
参考文献	77

第7章 碱性有机化合物的提纯——成盐洗涤法

7.1 成盐洗涤法的发现	78
7.2 成盐洗涤法的标准工艺	78
7.2.1 水溶性有机胺盐的处理工艺	78
7.2.2 水不溶的有机胺盐的处理工艺	79
7.3 成盐洗涤法的理论基础	80
7.4 成盐洗涤法的分离优势	81
7.5 成盐洗涤法的实例说明	82
7.6 成盐洗涤法与其他方法的比较	84
7.7 典型实例解读与欣赏	85

参考文献	87
------------	----

第8章 易挥发组分的分离

8.1 共沸蒸馏的原理与特点	88
8.1.1 水汽蒸馏与减压蒸馏的实例比较	88
8.1.2 水汽蒸馏与减压蒸馏的差别	89
8.2 共沸蒸馏的应用	89
8.2.1 有机溶剂的脱水	89
8.2.2 反应体系的脱水	90
8.2.3 分离低沸点有机产物	91
8.2.4 低沸点有机原料的回收	92
8.2.5 异构体的分离	94
8.2.6 去除产物中的有机溶剂	96
8.3 水汽蒸馏与精馏的联用	96
8.4 不同分离工艺的比较与评点	98
参考文献	99

第9章 固体有机物的提纯

9.1 结晶法提纯固体产品	100
9.1.1 纯物质先结晶原理	100
9.1.2 结晶法应用举例	100
9.2 重结晶方法提纯固体产物	102
9.2.1 重结晶溶剂选择的经验方法	102
9.2.2 重结晶溶剂选择的理论基础	102
9.2.3 根据产物与杂质的相对极性选择溶剂	105
9.3 混合溶剂重结晶工艺	107
9.3.1 混合溶剂配制的理论基础	107
9.3.2 混合溶剂重结晶实例说明	107
9.3.3 混合溶剂的一般形式	109
9.4 重结晶与吸附的联用	110
9.5 本章要点提示	111
参考文献	111

第10章 有机盐的分离提纯

10.1 有机盐的物理性质	112
---------------------	-----

10.1.1	有机盐的不可挥发性	112
10.1.2	有机盐的强极性	112
10.1.3	吸附剂对有机盐的吸附能力	113
10.1.4	有机盐在有机溶剂中的溶解度	113
10.1.5	有机盐在水中的溶解度	113
10.2	有机盐的分离提纯方法	114
10.2.1	有机盐与有机分子的分离	114
10.2.2	有机盐与水溶液的分离	116
10.2.3	有机盐与无机盐的分离	120
10.3	有机盐分离提纯方法的选择、比较与优化	121
10.3.1	弱极性有机盐以盐析法为首选工艺	122
10.3.2	强极性有机盐以蒸干再溶法为佳	122
	参考文献	123

第11章 化学衍生化法分离产品

11.1	增大主副产物沸点差	124
11.2	将不挥发组分衍生化成易挥发组分	126
11.3	将弱极性化合物衍生成强极性的化合物	129
11.3.1	衍生成酸性化合物的分离过程	129
11.3.2	衍生成有机盐的分离过程	131
11.4	将对映体衍生化成非对映体	132
11.5	将液体衍生成固体有机化合物	133
11.6	典型实例解析	133
	参考文献	134

第12章 手性化合物的分离与提纯

12.1	手性分子的非拆分提纯	135
12.1.1	对映体与非对映体	135
12.1.2	非对映体旋光异构体的分离	136
12.1.3	外消旋体的晶种结晶法分离	137
12.2	外消旋体的化学拆分	140
12.2.1	外消旋体的“成盐”拆分	141
12.2.2	外消旋体的衍生化拆分	144
12.3	酸碱“成盐”拆分的影响因素	145
12.3.1	拆分剂与外消旋体的反应产物	145
12.3.2	拆分反应生成物的空间结构	146

12.3.3 对映体的结构与衍生化	149
12.3.4 酸碱拆分反应的溶剂选择	150
12.4 外消旋体的选择性化学拆分	151
12.4.1 选择性化学拆分的概念、适用范围与特点	151
12.4.2 选择性化学拆分的典型实例	152
12.5 本章要点概述	153
参考文献	154

第13章 间歇萃取分离过程

13.1 萃取过程的热力学基础	155
13.1.1 溶质在两相中的分配系数	155
13.1.2 萃取剂的选择	155
13.1.3 分配系数随溶剂浓度的变化	158
13.1.4 分配系数随温度的变化	158
13.1.5 分配系数随体系 pH 值的变化	159
13.2 萃取过程的实例讨论	159
13.2.1 主产物的萃取回收	159
13.2.2 萃取除去杂质	162
13.3 影响萃取过程的动力学因素	164
13.3.1 萃取过程的质量传递	164
13.3.2 萃取速率的影响因素	164
13.3.3 动力学因素的实例解析	165
13.4 本章要点提示	166
参考文献	166

第14章 气液平衡分离过程

14.1 间歇精馏的特点、设计与操作	167
14.1.1 间歇精馏与连续精馏的区别	167
14.1.2 间歇精馏的难易评价	167
14.1.3 间歇精馏的适用范围	169
14.1.4 间歇精馏塔的设计特点	170
14.1.5 间歇精馏塔的控制	171
14.1.6 间歇精馏的关键控制点	172
14.2 气体的吸收	173
14.2.1 影响吸收过程的热力学因素	173
14.2.2 影响吸收过程的动力学因素	175
14.3 气体的解吸	176

参考文献	177
------	-----

第15章 结晶、过滤、洗涤与干燥

15.1 结晶过程选择与优化	178
15.1.1 结晶的目标与手段	178
15.1.2 不同组分的结晶规律	179
15.1.3 影响结晶的因素与对策	179
15.2 过滤过程要点与问题	180
15.2.1 过滤速度的影响因素	181
15.2.2 解决透滤问题的对策	182
15.3 滤饼的洗涤	183
15.3.1 两种理想的流动模型	183
15.3.2 滤饼的洗涤方式	183
15.3.3 洗涤过程的时机	184
15.4 干燥过程的要点	184
15.4.1 干燥过程的方向与关键要素	185
15.4.2 干燥过程的限度与干燥方式	185
15.4.3 干燥速率的影响因素	186
15.4.4 干燥过程的常见问题	186
参考文献	187

第16章 吸附与柱层析过程

16.1 化学吸附过程与应用	189
16.1.1 化学吸附的热力学因素	190
16.1.2 化学吸附的动力学因素	190
16.1.3 吸附剂的分类与选择	191
16.1.4 化学吸附的工业化方法	193
16.2 物理吸附与柱层析过程	193
16.2.1 物理吸附法回收溶剂	194
16.2.2 柱层析法分离产物	194
参考文献	197

第17章 分离过程的简化

17.1 准一步反应	198
17.1.1 准一步反应的自定义	198

17.1.2 准一步反应的应用实例	200
17.1.3 多步反应的合理衔接	203
17.2 溶剂归一化	207
17.2.1 溶剂归一化的自定义	207
17.2.2 溶剂归一化的实例点评	207
17.3 不提纯原则	210
17.3.1 不提纯原则的自定义	210
17.3.2 不提纯原则的应用实例	211
参考文献	213

第18章 分离过程的时机把握

18.1 把握分离时机的方法	214
18.1.1 尽可能推迟产品提纯步骤	214
18.1.2 利用碱性基团分离是最佳时机	215
18.1.3 由各步反应产物的物性差异选择分离时机	217
18.2 分离时机的等待	219
18.2.1 不易分离时等待时机	220
18.2.2 不必分离时等待时机	221
18.3 分离时机的创造	222
18.3.1 原料对结晶过程的影响	222
18.3.2 溶剂对结晶过程的影响	223
18.3.3 高分子化合物对结晶过程的影响	224
18.4 最后的手段——高压柱层析分离	225
18.4.1 常压柱层析与高压柱层析	225
18.4.2 高压柱层析的间歇操作	225
18.4.3 柱层析分离工艺的选择	226
参考文献	226

第19章 分离过程的安全控制

19.1 几种常见的燃烧爆炸事故	227
19.1.1 反应速率失控引发的爆炸	227
19.1.2 氧化还原反应导致的爆炸	229
19.1.3 含氧自由基引发的爆炸	231
19.1.4 静电导致的爆炸	233
19.2 在分离过程中的燃烧爆炸危险	234
19.2.1 分离过程增加了危险品的温度和浓度	234

19.2.2 负压状态下容易导致空气进入体系·····	234
19.3 分离过程的危险源与防范·····	235
19.3.1 真空抽料过程·····	235
19.3.2 减压蒸馏、减压精馏过程·····	235
19.3.3 离心过滤过程·····	236
参考文献·····	236

第20章 分离过程的环境保护

20.1 减少废弃物的研究方法·····	237
20.1.1 用物料衡算框图评价工艺·····	237
20.1.2 逐项研究各个单元操作出口物料的回收与利用价值·····	237
20.2 减少废弃物的主要手段·····	239
20.2.1 回收利用溶剂·····	240
20.2.2 副产物的回收利用·····	241
20.2.3 反应母液的循环利用·····	243
20.3 废弃物的无害化处理·····	245
20.3.1 废水中有机物的分类·····	245
20.3.2 废水的预处理·····	245
20.3.3 废水的无害化处理·····	246
参考文献·····	246

第1章 分离过程概述

工业有机分离过程是以研究有机分离工艺为主要目标的。与分离过程单元操作的基础学科——化工原理^[1]不同，与单元操作设计计算的学科——分离工程及其同类参考书^[2,3]也不同，它是选择和优化分离工艺的，已经不属于基本原理、工程设计的概念了。而是怎样选择分离工艺才是合理的、简单的和优化的。

研究有机分离工艺的重要性毋庸置疑，同反应过程一样，它是化工过程成本控制的决定性因素之一。

对整个化学品制备过程来说，分离和提纯反应产物往往不是单一单元操作所能实现的，这就需要不同单元操作的组合或称不同单元操作的集成，而恰恰不同单元操作的不同组合方式、不同先后次序往往产生不同的分离提纯效果，并需要花费不同的成本。

1.1 选择分离工艺的一个基础——分子结构

化工原理与分离工程所研究的单元操作过程，均是在已知物理性质的基础上研究某一特定单元操作设备与操作条件的，也只有在满足上述条件的物系中才适用。然而在研究开发新产品的实际过程中，往往某个或某几个化合物组分的物性是未知的，从而妨碍了原有理论的应用。这就需要人们找到一个求知化合物物理性质的方法，哪怕得不到定量数据而能定性地表示其物理性质也好，这就只能依靠人们“看得见摸得着”的分子结构。

众所周知，化合物是由基团构成的，不同基团往往具有不同的质量、极性与酸碱性等，由不同基团构成的化合物的性质恰恰是由其分子结构所决定的。这样，我们就必须将物理性质决定分离工艺的理论向前拓展一步，即分子结构决定物理性质、物理性质决定分离工艺。这种以分子结构代替物理性质作为分离工艺基础的思路，使得分离工艺的构思和选择更加理论化也更具有可行性。正是这种以分子结构为基础所决定的分离工艺构思过程，才是本书的显著特点，这一概念贯穿于全书各章节的始终。

人们可能疑问：依据已有文献确定分离工艺不是更简单吗？回答是未必。因为任何文献所采用的分离工艺均是文献作者的个人观点，这受文献作者对于分离过程的认识所局限。大量、具体的实例与数据表明，文献中真正将分离过程做到尽善尽美的实例并不太多，即便文献作者真正完善了分离过程也未必全部公开报道。

具体地，分子结构是如何决定其物理性质的，物理性质是如何决定其分离工艺的，我们在后续各个章节中将系统讨论。如：

怎样从酸性化合物中去除非酸性化合物，而酸性化合物没有损失？

怎样从碱性化合物中去除其异构体及非碱性化合物，并取得高回收率？

如何判断酸碱性的强弱？哪些因素对其产生影响？如何分离不同强弱的酸碱化合物？

分子内空间诱导效应是如何影响不同异构体分子的酸碱性与沸点的？

如何判断弱极性异构体化合物沸点的相对高低，怎样评价其精馏提纯过程的难易？

如何依据异构体化合物的对称性判断其熔点的相对高低和结晶提纯的难易？

如何通过固体化合物中主成分与杂质的相对极性差距选择溶剂与吸附剂？

离子键化合物与共价键化合物的物性差距有哪些？分离它们有哪些套路？

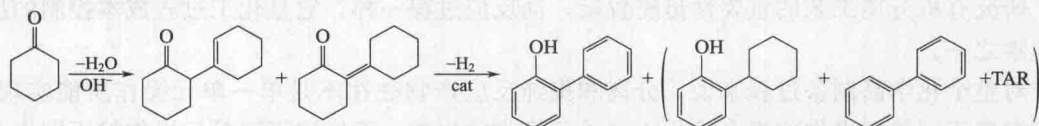
依据什么原理可以拆分手性化合物，拆分分离有哪些基本套路？

如何根据分子结构的变化选择分离提纯时机？怎样等待时机和如何创造时机？

如何根据分子结构制定其合理的质量标准？

凡此种种，各种分离工艺的构思均与分子结构息息相关，均离不开分子结构的基础性地位。反之，若不从分子结构这个基础出发，仅凭传统的化工原理理论研究问题，往往会遇到各种困难。

例 1：由环己酮缩合、脱水、脱氢法制备邻苯基苯酚。可否通过精馏法或重结晶法提纯产物，有没有更好的提纯方法呢？



解：这是国内某厂家委托笔者研发的实例。先前的实践证明：精馏法与重结晶法都能够分离出合格品，但都不是好方法。

显然，本工艺的分离目标有三个：一是高质量、高收率地回收产物邻苯基苯酚；二是高回收率地回收、回用中间体邻环己基苯酚；三是低操作费用地去除杂质联苯和焦油。

从分子结构分析，邻苯基苯酚与邻环己基苯酚的沸点应是靠近的，通过精馏法提纯产物是非常困难的。这从各主副产物（不包括焦油）的熔点、沸点、溶解度数据可以得到证实：

化合物	邻苯基苯酚	邻环己基苯酚	联苯
熔点/℃	55.5~57.5	56	68.5~71
沸点/℃	283~286	284	255

从沸点数据分析，精馏法可以去除联苯及不挥发的焦油，而邻苯基苯酚与邻环己基苯酚很难分离。即便在高塔板数、高回流比条件下能够分开，其高能耗也是不可接受的。

从熔点数据分析，各组分的熔点相近，均为低熔点固体化合物。然而熔点差距大小并非分离难易的主要依据，根据纯物质因浓度高而率先达到饱和而先结晶原理，因产物纯度已经高达 90% 以上，在反应混合物中已经产生的结晶体非常可能就是纯产品，从粗产品外观状态分析，其为棱角清晰的结晶颗粒，表面上带有比较黏稠的液体混合物。

上述现象表明：已结晶颗粒可能已经是纯产品，而杂质处于结晶表面。结晶表面的黏稠液体应是上述四种组分的混合物。于是我们着手验证设定的结论是否正确。

首先将粗产物放入离心机中过滤，以除去晶体表面母液；其次在离心机滤饼上通入热空气，旨在将产物再熔化少量，以再过滤方式除去表面的含有杂质的母液；经取样分析：产品的气相色谱百分含量大于 99%，只是产品表面颜色偏黑，有少量焦油存在；我们再将此产物悬浮于水中，加碱溶解，经活性炭吸附后过滤去除活性炭废渣，滤液经酸化生成白色固体结晶，再过滤、洗涤、干燥得白色固体结晶产物，质量全部达标。

上述提纯产品的过程中，过滤粗产品的有机母液同样地可用碱溶解后加入活性炭吸附除去联苯和焦油，得到的产品及邻环己基苯酚的混合物直接返回到脱氢反应工序。这样产品、

中间体几乎得到了定量地回收与利用。

在上述分离提纯过程中，贯穿于始终的是分子结构分析。由此能够预先判定：主产物与邻环己基苯酚的熔点、沸点均靠近，且具有酸性，能与碱成盐；联苯与焦油不具有酸性而极性很小，能够被活性炭吸附；较纯的产物应该已结晶出来且杂质处于晶体表面上等等。

之所以人们曾用重结晶处理失败，其原因是未从分子结构分析其物理性质。在产品、中间体的分子结构上，既含有极性基团又含有非极性基团，几乎所有有机溶剂对其均具有较大的溶解度，故重结晶法必然对产品具有较大的溶解损失，加之回收溶剂等多步骤的实施，将显著增加回收过程的操作成本，不能实现分离过程的经济性。

实例说明：仅按化工原理的基本原理和某种单一的单元操作很难实现产品的最佳分离。只有从分子结构出发，分析产物的物理性质，进行目的性非常明确的分离工艺构思，方能获得圆满的结果。上述实例中产物、中间体的回收率达99%，产品纯度超99%，能耗低，操作简单，证明了分离工艺的合理与先进。如何实现类似上述的、经济合理的分离工艺，将在稍后的各个章节中分别逐步展开讨论，在不同类别的有机混合物的分离工艺上，建立几个理论清晰、简单实用的分离套路，让有机合成工艺研究工作者耳熟能详、随手可取、运用自如。这正是笔者的初衷。

1.2 分离提纯的两大目标——回收率与产品质量

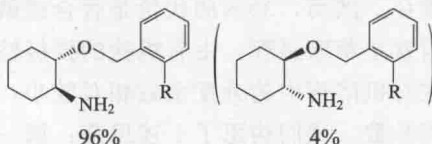
评价一个分离提纯过程，不能只用某一个指标来衡量，回收率与产品质量缺一不可。不保证质量则产品没有价值，不保证回收率则经济上没有竞争力。而经常出现的问题是两者时常出现相互矛盾，即高回收率时产品质量往往不足，而高质量时回收率又往往偏低。似乎真是“鱼与熊掌不可兼得”。

然而，由分离提纯过程的两大目标所决定，这“鱼”与“熊掌”是必须兼得的。本书所要讨论的正是要达到“鱼与熊掌”兼得目标所要采取的手段。在这些手段中，有些本身就是两大目标同时实现的；有些则是将两大目标分阶段完成的，即先“下海捕鱼后上山捉熊”。

诚然，产品质量指标是必须实现的，而实现这一目标则需要付出一定代价。然而所付出代价的大小则由分离工艺构思的科学合理性所决定。实际上，分离工艺优劣的差距往往不在质量上而在回收率上。

在分离提纯工艺研究的初始阶段，回收率与质量两者所首要考量的因素是前者。因为质量暂未达标还有后续手段，而回收率低的损失则较难挽回了。故分离过程研究的第一步，是以保证产品的回收率为主。

例2：有下述结构的手性化合物：（基团R为小质量基团）



经拆分、解离处理后产品的EE值为92%，再以异丙醇重结晶两次，产品的EE值达到了99%以上，而上述重结晶过程的单次回收率为70%，两次的总回收率达50%。试评价上述的重结晶过程。

解：经调查，上述分离工艺来自于文献，且研发人员曾做过多种溶剂选择，最后认同异丙醇为最佳溶剂，认同此实验结果为最佳结果。

然而，正如前面所提到的，分离过程应是具有双重目标的。该工艺具有如下疑点：根据