



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103232338 A

(43) 申请公布日 2013.08.07

(21) 申请号 201310137518.5

(22) 申请日 2013.04.19

(71) 申请人 重庆紫光化工股份有限公司

地址 400021 重庆市北部新区黄山大道中段
杨柳路2号B-10

(72) 发明人 丁永良 张飞 屈洋 李静
朱丽利

(74) 专利代理机构 北京同恒源知识产权代理有
限公司 11275

代理人 赵荣之

(51) Int. Cl.

C07C 57/32 (2006.01)

C07C 51/08 (2006.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

苯乙酸的制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种苯乙酸的制备方法,该制备方法包括以下步骤:1)将苯乙腈加热至50~100℃,然后往苯乙腈中滴加盐酸或者将熔融状态的苯乙腈滴加至盐酸中,盐酸与苯乙腈的摩尔比为1.2~5:1,滴加完毕后保温反应1~5小时,反应体系中苯乙腈的质量含量小于5%时终止反应;2)减压蒸馏回收步骤1)的反应体系中未反应的苯乙腈,直至反应体系中苯乙腈的质量含量小于0.2%,然后向反应体系中加水,搅拌混溶,然后冷却结晶,抽滤,所得晶体用水洗涤、干燥后,得到苯乙酸产品。本发明采用盐酸直接水解苯乙腈制备苯乙酸的工艺,反应物种类少,无需加入除原料苯乙腈外的其它有机物,消耗低,后处理简单,产品外观和质量均满足要求。

1. 一种苯乙酸的制备方法,其特征在于:包括以下步骤:

1)将苯乙腈加热至 50~100°C,然后往苯乙腈中滴加盐酸或者将熔融状态的苯乙腈滴加至盐酸中,盐酸与苯乙腈的摩尔比为 1.2~5:1,滴加完毕后保温反应 1~5 小时,反应体系中苯乙腈的质量含量小于 5% 时终止反应;

2)减压蒸馏回收步骤 1) 的反应体系中未反应的苯乙腈,直至反应体系中苯乙腈的质量含量小于 0.2%,然后向反应体系中加水,搅拌混溶,然后冷却结晶,抽滤,所得晶体用水洗涤、干燥后,得到苯乙酸产品。

2. 根据权利要求 1 所述的苯乙酸的制备方法,其特征在于:所述盐酸的质量分数为 15%~37%。

3. 根据权利要求 1 或 2 所述的苯乙酸的制备方法,其特征在于:所述步骤 2) 中,先向步骤 1) 的反应体系中加入氨水中和过量的盐酸,再减压蒸馏回收反应体系中未反应的苯乙腈。

4. 根据权利要求 1 或 2 所述的苯乙酸的制备方法,其特征在于:所述步骤 2) 中,先减压蒸馏回收步骤 1) 的反应体系中过量的盐酸,再继续减压蒸馏回收反应体系中未反应的苯乙腈。

苯乙酸的制备方法

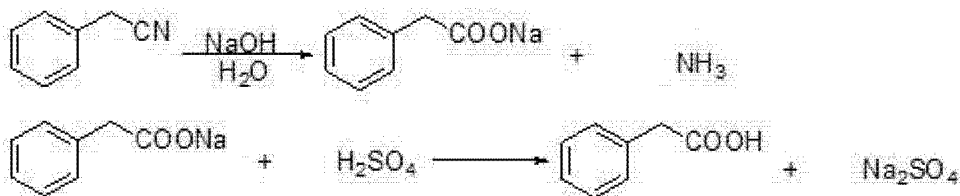
技术领域

[0001] 本发明涉及苯乙酸的合成技术领域,特别涉及一种苯乙腈水解制备苯乙酸的方法。

背景技术

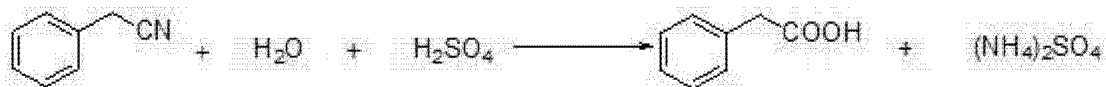
[0002] 苯乙腈水解是制备苯乙酸常用的方法,其工艺条件相对简单,反应操作简便和容易控制,是目前国内研究最多也是最为成熟的工业化生产方法,水解工艺分为两种:第一种用强碱如氢氧化钠或者氢氧化钾将苯乙腈制成苯乙酸钠,脱色后酸化、结晶得产品;第二种直接用酸水解、结晶得苯乙酸。反应方程式如下:

1、碱水解



2、酸水解

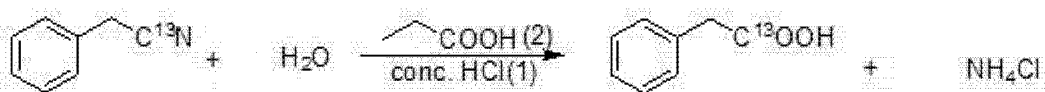
1) 硫酸水解



2) 氯化氢加四氢呋喃水解



3) 浓盐酸和丙酸混合物水解(浓盐酸:丙酸=1:2)



上述两种水解工艺存在的问题和缺点是:

- 1) 碱法水解既消耗碱又消耗酸,原子经济性差,而且还要副产氨和盐;
- 2) 碱法水解生成氨气,氨气逸出时带出有机物,污染环境,无论采用水吸收还是酸吸收都因有机物超标无法直接使用;
- 3) 苯乙酸钠溶液需要脱色,产生固废,而且脱色过程释放出臭气,操作环境差;
- 4) 采用硫酸水解,高温反应下会引起反应液碳化结焦,后处理困难,还影响产品的外观和品质,产生大量含有机物废酸难处理;
- 5) 采用氯化氢/四氢呋喃水解,需要连续通入氯化氢气体,反应结束后需分离回收四氢呋喃,操作过程繁琐,而且操作环境较差;

6) 使用丙酸和浓盐酸混合物水解,消耗大量的有机酸,回收困难,工业化价值不大。

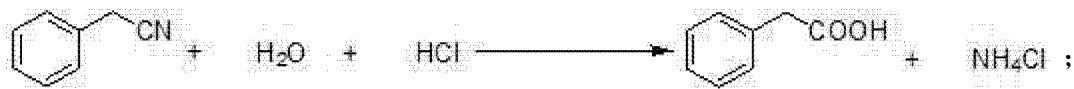
发明内容

[0003] 有鉴于此,本发明提供了一种苯乙酸的制备方法,该方法既能避免碱法水解消耗高、副产多的缺点,又能避免硫酸法水解易碳化结焦、后处理复杂、废液难处理、产品外观质量差的缺点,并且无需加入除原料苯乙腈外的其它有机物,消耗低,后处理简单。

[0004] 本发明的苯乙酸的制备方法,包括以下步骤:

1) 将苯乙腈加热至 50~100℃,然后往苯乙腈中滴加盐酸或者将熔融状态的苯乙腈滴加至盐酸中,盐酸与苯乙腈的摩尔比为 1.2~5:1,滴加完毕后保温反应 1~5 小时,反应体系中苯乙腈的质量含量小于 5% 时终止反应;

其化学反应方程式为:



2) 减压蒸馏回收步骤 1) 的反应体系中未反应的苯乙腈,直至反应体系中苯乙腈的质量含量小于 0.2%,然后向反应体系中加水,搅拌混溶,然后冷却结晶,抽滤,所得晶体用水洗涤、干燥后,得到苯乙酸产品。

[0005] 进一步,所述盐酸的质量分数为 15%~37%。

[0006] 进一步,所述步骤 2) 中,先向步骤 1) 的反应体系中加入氨水中和过量的盐酸,再减压蒸馏回收反应体系中未反应的苯乙腈。

[0007] 进一步,所述步骤 2) 中,先减压蒸馏回收步骤 1) 的反应体系中过量的盐酸,再继续减压蒸馏回收反应体系中未反应的苯乙腈。

[0008] 本发明的有益效果在于:

1) 本发明采用盐酸直接水解苯乙腈制备苯乙酸的工艺,与氯化氢 / 四氢呋喃水解或者丙酸和浓盐酸混合物水解工艺相比,反应物种类少,无需加入除原料苯乙腈外的其它有机物,消耗低,后处理简单;

2) 与碱法水解相比,只消耗盐酸生成氯化铵,原子经济性好,无氨气或钠盐产生,避免了后续一系列问题;

3) 与硫酸水解工艺相比,不会产生焦化现象,水解彻底,过量的盐酸可回收,避免了产生处理难度大的废酸水;

4) 中间过程无需脱色操作,操作环境好,产品外观和质量均满足要求。

具体实施方式

[0009] 本发明的苯乙酸的制备方法,包括以下步骤:

1) 将苯乙腈加热至 50~100℃,然后往苯乙腈中滴加盐酸或者将熔融状态的苯乙腈滴加至盐酸中,盐酸与苯乙腈的摩尔比为 1.2~5:1,滴加完毕后保温反应 1~5 小时,反应体系中苯乙腈的质量含量小于 5% 时终止反应;所述盐酸的质量分数优选 15%~37%;

2) 减压蒸馏回收步骤 1) 的反应体系中未反应的苯乙腈,直至反应体系中苯乙腈的质量含量小于 0.2%,然后向反应体系中加水,搅拌混溶,然后冷却结晶,抽滤,所得晶体用水洗

涤、干燥后,得到苯乙酸产品;也可以先向步骤1)的反应体系中加入氨水中和过量的盐酸,再减压蒸馏回收反应体系中未反应的苯乙腈;还可以先减压蒸馏回收步骤1)的反应体系中过量的盐酸,再继续减压蒸馏回收反应体系中未反应的苯乙腈。

[0010] 下面将对一个实施例进行详细的描述。

[0011] 本实施例的苯乙酸的制备包括以下步骤:

1) 在1000mL 带回流冷凝管、温度计、滴液漏斗的四口烧瓶中加入含量99%的苯乙腈236.5g (2mol),滴液漏斗内加入质量分数为37%盐酸493.5g (5mol),密闭反应体系,加热至95℃,滴加盐酸,滴加完毕后在95℃保温反应5小时,取样,HPLC分析得知反应体系中苯乙酸质量含量为94.5%,苯乙腈质量含量为4.8%,终止反应;

2) 减压蒸馏蒸出200毫升水后,取样,HPLC分析得知反应体系中苯乙酸质量含量为97.9%,苯乙腈质量含量为0.15%;然后向反应体系中加700mL水,搅拌混溶,然后冷却至30℃结晶,抽滤,所得晶体用300mL温水洗涤、30~40℃减压干燥后,得到白色苯乙酸产品249.8g,产品纯度为99.3%,收率为91.2%。

[0012] 最后说明的是,以上实施例仅用以说明本发明的技术方案而非限制,尽管通过参照本发明的优选实施例已经对本发明进行了描述,但本领域的普通技术人员应当理解,可以在形式上和细节上对其作出各种各样的改变,而不偏离所附权利要求书所限定的本发明的精神和范围。