



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 106083651 B

(45)授权公告日 2017.11.21

(21)申请号 201610412377.7

(22)申请日 2016.06.03

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 106083651 A

(43)申请公布日 2016.11.09

(73)专利权人 安徽广信农化股份有限公司

地址 242200 安徽省宣城市广德县新杭镇
彭村村

(72)发明人 黄金祥 过学军 吴建平 胡明宏

杨亚明 程伟家 李红卫 徐小兵

高焰兵 戴玉婷

(74)专利代理机构 合肥鼎途知识产权代理事务

所(普通合伙) 34122

代理人 叶丹

(51)Int.Cl.

C07C 253/30(2006.01)

C07C 255/53(2006.01)

(56)对比文件

CN 1443754 A,2003.09.24,

CN 102311364 A,2012.01.11,

CN 102531958 A,2012.07.04,

审查员 冯姝雯

权利要求书1页 说明书2页

(54)发明名称

水杨腈的合成工艺

(57)摘要

水杨腈的合成工艺,其工艺包括如下几个步骤:(1)向自由湍流流化床反应器中加入邻氯甲苯,氨气,氧气和水蒸气,搅拌均匀后,再加入V-Cr-O和V-P-O系细颗粒混合物作为催化剂,升温反应;(2)反应结束后,得到邻氯苯甲腈粗产品,再水洗、精馏后得到纯品邻氯苯甲腈;(3)向步骤2中得到的邻氯苯甲腈纯品中加入碱金属醇盐溶液,控制反应温度,常压条件下反应,反应结束后,减压蒸馏回收溶剂,再向体系内滴加盐酸进行酸化,即可得到水杨腈固体。与现有技术相比,本发明避免了使用光气或含磷化合物,不仅保证操作人员的人身安全,而且减少了污染,同时使用自由湍流流化床反应器,有利于提高装置的生产能力和邻氯苯甲腈的收率。

1. 水杨腈的合成工艺,其特征在于,工艺包括如下几个步骤:

(1) 向自由湍流流化床反应器中加入1重量份气化后的邻氯甲苯,1.5重量份的氨气,1.5重量份的氧气和2重量份的水蒸气,搅拌均匀后,再加入1重量份的V-Cr-O和1重量份的V-P-O系细颗粒混合物作为催化剂,升高反应体系内温度至350-400℃;

(2) 反应结束后,将反应器内的产品经过冷凝捕集器降温结晶后得到邻氯苯甲腈粗产品,再水洗、精馏后得到纯品邻氯苯甲腈,反应器内剩余的氨气转移至含有稀硫酸的中和塔内进行吸收;

(3) 向步骤(2)中得到的邻氯苯甲腈纯品中加入1.5重量份的浓度为15%-20%的碱金属醇盐溶液,控制反应温度在100-170℃,常压条件下反应,反应结束后,停止加热,待体系内温度自然冷却至室温后,减压蒸馏回收溶剂,再向体系内滴加盐酸进行酸化,即可得到水杨腈固体;所述的碱金属醇盐溶液为重量比为1:2的甲醇钠的甲醇溶液和乙醇钠的乙醇溶液的混合物。

水杨腈的合成工艺

技术领域

[0001] 本发明涉及水杨腈的合成,具体涉及水杨腈的合成工艺。

背景技术

[0002] 水杨腈,又名邻羟基苯甲腈,是一种灰白色粉末状固体,极具刺激性气味,少量即可让人呼吸受到影响,气味苦涩。水杨腈常用作有机合成布尼洛尔的中间体、杀菌剂嘧菌酯中间体。关于水杨腈的合成报道很少,主要有以下两类反应:

[0003] 第一类反应是水杨醛先与羟胺盐酸盐生成水杨醛肟,再通过醋酐或氯化亚砷脱水得到水杨腈;

[0004] 第二类反应是水杨酰胺在光气或氯化亚砷或三氯氧磷存在下脱水,制得水杨腈;

[0005] 第一类反应是国内应用较多的水杨腈制备方法,它可以得到高含量的用作测定Pt、Cu、Zn等的灵敏分析试剂以及用于合成药物布尼洛尔等的中间体水杨醛肟。但此方法操作繁琐、原材料成本较贵、水杨腈的总收率低,产生大量的工业三废,不利于工业化生产。第二类方法是酰胺类化合物腈基化反应,此类反应步骤简单、三废量少,但使用过程中用到了剧毒气体光气,容易造成环境的污染和对操作人员的人身安全产生威胁。

发明内容

[0006] 针对现有技术中存在的问题,本发明提供水杨腈的合成工艺。

[0007] 本发明可通过以下技术方案来实现:

[0008] 水杨腈的合成工艺,其工艺包括如下步骤:

[0009] (1) 向自由湍流流化床反应器中加入1重量份气化后的邻氯甲苯,1.5重量份的氨气,1.5重量份的氧气和2重量份的水蒸气,搅拌均匀后,再加入1重量份的V-Cr-O和1重量份的V-P-O系细颗粒混合物作为催化剂,升高反应体系内温度至350-400℃;

[0010] (2) 反应结束后,将反应器内的产品经过冷凝捕集器降温结晶后得到邻氯苯甲腈粗产品,再水洗、精馏后得到纯品邻氯苯甲腈,反应器内剩余的氨气转移至含有稀硫酸的中和塔内进行吸收;

[0011] (3) 向步骤2中得到的邻氯苯甲腈纯品中加入1.5重量份的浓度为15%-20%的碱金属醇盐溶液,控制反应温度在100-170℃,常压条件下反应,反应结束后,停止加热,待体系内温度自然冷却至室温后,减压蒸馏回收溶剂,再向体系内滴加盐酸进行酸化,即可得到水杨腈固体;所述的碱金属醇盐溶液为重量比为1:2的甲醇钠的甲醇溶液和乙醇钠的乙醇溶液的混合物。

[0012] 本发明的有益效果为:1) 通过自主合成的邻氯苯甲腈作为原料,再反应生成水杨腈,避免了传统工艺中使用光气或含磷化合物,不仅保证了操作人员的人身安全,而且减少了对环境的污染;2) 在邻氯苯甲腈的合成中,使用自由湍流流化床反应器,有利于提高装置的生产能力,同时提高了邻氯苯甲腈的收率;3) 在水杨腈的合成反应中,以重量比为1:2的甲醇钠的甲醇溶液和乙醇钠的乙醇溶液的混合物作为碱金属醇盐参与反应,与传统的单一

醇盐的醇溶液相比,可以显著提高邻氯苯甲腈生成水杨腈的反应速率,提高水杨腈的收率。

具体实施方式:

[0013] 下面用实施例对本发明的具体实施方式作出说明。

[0014] 实施例

[0015] 水杨腈的合成工艺,其工艺包括如下步骤:(1)向自由湍流流化床反应器中加入1重量份气化后的邻氯甲苯,1.5重量份的氨气,1.5重量份的氧气和2重量份的水蒸气,搅拌均匀后,再加入1重量份的V-Cr-O和1重量份的V-P-O系细颗粒混合物作为催化剂,升高反应体系内温度至400℃;(2)反应结束后,将反应器内的产品经过冷凝捕集器降温结晶后得到邻氯苯甲腈粗产品,再水洗、精馏后得到纯品邻氯苯甲腈,反应器内剩余的氨气转移至含有稀硫酸的中和塔内进行吸收;(3)向步骤2中得到的邻氯苯甲腈纯品中加入1.5重量份的浓度为15%的碱金属醇盐溶液,控制反应温度在170℃,常压条件下反应,反应结束后,停止加热,待体系内温度自然冷却至室温后,减压蒸馏回收溶剂,再向体系内滴加盐酸进行酸化,即可得到纯度为95%,收率为93%的水杨腈固体;所述的碱金属醇盐溶液为重量比为1:2的甲醇钠的甲醇溶液和乙醇钠的乙醇溶液的混合物。

[0016] 本发明的有益效果为:1)通过自主合成的邻氯苯甲腈作为原料,再反应生成水杨腈,避免了传统工艺中使用光气或含磷化合物,不仅保证了操作人员的人身安全,而且减少了对环境的污染;2)在邻氯苯甲腈的合成中,使用自由湍流流化床反应器,有利于提高装置的生产能力,同时提高了邻氯苯甲腈的收率;3)在水杨腈的合成反应中,以重量比为1:2的甲醇钠的甲醇溶液和乙醇钠的乙醇溶液的混合物作为碱金属醇盐参与反应,与传统的单一醇盐的醇溶液相比,可以显著提高邻氯苯甲腈生成水杨腈的反应速率,提高水杨腈的收率。