

2.1 催化剂对反应的影响

本文在相同条件下考察了催化剂类型对液相加氢反应的影响, 相关实验结果如下表 1 所示:

表 1 催化剂类型单因素考察结果

序号	型号	产品收率 %	产品纯度 /%
1	Pd/C	86.4	99.66
2	Ni-Al	80.5	97.44
3	Ni-Al-Cr	81.2	96.03
4	Ni-Al-Mo*	85.5	99.63

注: * 催化剂来自不同的厂家。

由表 1 可知, Ni-Al-Mo 三元催化剂在化合物 (1) 催化氢化还原为中间体 A 的过程中, 活性高, 与钯碳催化剂相当, 但考虑在工业生产中钯碳催化剂成本昂贵等问题, 因此 Ni-Al-Mo 三元催化剂最佳。

2.2 催化剂的用量对反应的影响

催化剂的用量, 影响着氢化还原反应的效果, 同时也极大的决定了其工业成本, 因此, 催化剂的用量在整个反应中占有重要的作用。本文在相同条件下考察了催化剂用量对液相加氢反应的影响, 相关实验结果如下表 2 所示:

表 2 催化剂用量单因素考察结果

序号	催化剂用量 /%	产品收率 %	产品纯度 /%
1	5	80.2	96.07
2	10	85.5	99.36
3	15	83.1	98.59

(注: 催化剂用量 = m(催化剂):m(化合物 1))

由表 2 可知, 在反应温度和压力相同时, 催化剂的用量决定了反应的时间和产物纯度, 催化剂的量过多, 会导致副反应增多; 催化剂的量过少, 会延长反应的时间, 因此确定催化剂的用量选择 10%。

2.3 反应温度对反应的影响

本文在相同条件下考察了反应温度对液相加氢反应的影响, 相关实验结果如下表 3 所示:

表 3 反应温度单因素考察结果

序号	反应温度 /°C	产品收率 %	产品纯度 /%
1	65	80.2	96.54
2	70	84.2	99.42
3	75	85.5	99.44
4	85	82.3	99.10
5	95	78.0	97.10

由表 3 可知, 高温有利于反应的进行, 但是反应温度越高, 产物容易被氧化, 副反应增加, 产物纯度不佳, 影响产品的质量; 另外, 温度过高时, 会造成 5-氨基苯并咪唑酮中羰基被还原, 羰基被还原后与产物相混合后, 难以

分离, 造成产物纯度下降, 因此反应温度最佳温度为 70~75°C。

2.4 反应压力对反应的影响

本文在相同条件下考察了反应压力对液相加氢反应的影响, 相关实验结果如下表 4 所示:

表 4 反应压力单因素考察结果

序号	反应压力 /MPa	产品收率 %	产品纯度 /%
1	0.5	76.5	88.1
2	1	85.2	99.22
3	1.5	85.6	99.44
4	2	82.6	99.2

从表 4 可知, 在相同的反应时间下, 提高氢压可以加速反应, 克服空间位阻, 但压力过高, 会降低反应的选择性, 出现副反应。压力过低反应不完全, 压力过高降低反应的选择性, 副反应出现的几率增加, 从实验数据得出, 反应压力选择 1~1.5MPa 最佳。

2.5 稳定性实验

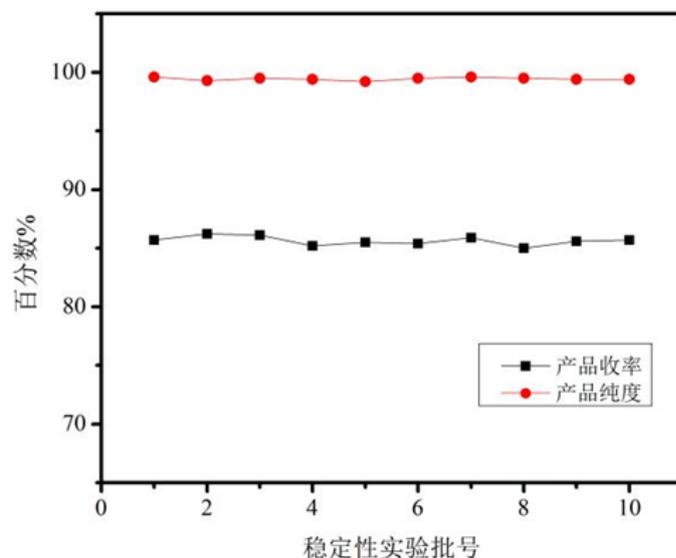


图 2 稳定性实验情况

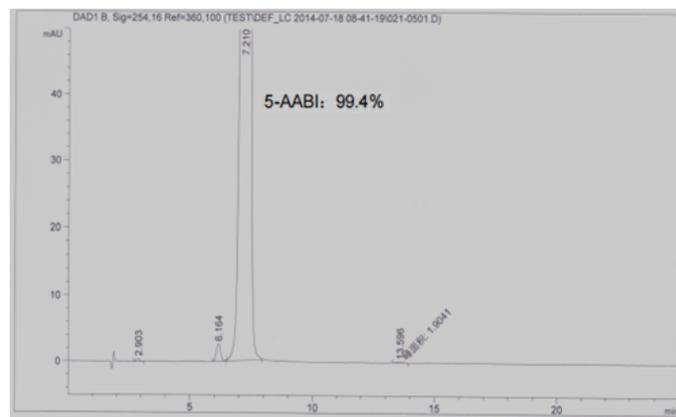


图 3 产品 HPLC 谱图

本文在最佳条件下,进行催化剂的套用稳定性验证试验,催化剂套用10批,相关实验情况如图表所示。

表5 稳定性实验

序号	产品收率 %	产品纯度 /%
1	85.7	99.6
2	86.2	99.3
3	86.1	99.5
4	85.2	99.4
5	85.5	99.2
6	85.4	99.5
7	85.9	99.6
8	85.0	99.5
9	85.6	99.4
10	85.7	99.4
平均	85.6	99.4

由以上图表可知,催化加氢反应收率稳定在85.6%,产品纯度平均为99.4%。

3 结论

本文以单因素考察的方式研究了催化加氢还原制备AABI的工艺条件,产品收率与质量稳定,具有工业化应用价值,符合绿色环保要求。

确定最佳的液相加氢工艺条件:催化剂为Ni-Al-Mo三元催化剂,催化剂用量为10%,反应温度70~75℃,反应压力1~1.5MPa;

在最佳条件下,催化剂套用10次,AABI总收率稳定在85.6%,产品纯度为99.4%,产品收率与质量稳定。

参考文献:

[1] 穆振义. 苯并咪唑酮高档有机颜料及其专用中间体 [J].

(上接第110页)物在水中的溶解度和灵敏度;浊点萃取过程的协同作用表明TX-114的相对粘度不同于TX-100,浊点萃取和光度分析之间存在显著差异,高粘度TX-114具有很强的协同作用,可以提高灵敏度并降低检测限制。在光度测定分析中应用表面活性剂通常有助于增强感觉和耐受性。现代科学随着技术的发展,对表面活性剂进行了深入研究。新型表面活性剂已经出现,并将更加密切地将其纳入光学分析。

4 表面活性剂在电分析中的应用

近年来,在电分析,特别是极谱分析分析中,表面活性剂的研究和应用有所加强。它大大改进了测试材料的电化学反应以及分析的敏感性和选择性。主要用于结合吸附波、极谱催化波等一些系统可能会在添加表面活性剂后添加少量表面活性剂,从而大大提高分析的灵敏度、选择性和可重现性,甚至改进极谱波形并消除干扰。

表面活性剂是分析化学中非常重要的试剂,具有良好的增敏、溶解性和稳定性。随着现代科技的不断发展,

化工中间体,2002(10):10-14.

[2] 缪建明,有机颜料概况及性能应用 [J]. 涂料工业,2004,34(9):20-23.

[3] Agrawal V K, Satyavan S, Iyer R N. Synthesis of 1-(4-substituted-phenyl)-2,5-disubstituted benzimidazoles and N,N-diarylthioureas as anthelmintic and antimicrobial agents [J]. Journal of Chemistry, Section: Organic Chemistry Including Medicinal Chemistry, 1981, 20B(5):398-400.

[4] 周春隆,穆振义. 有机颜料索引卡 [M]. 北京:中国石化出版社,2004:7.

[5] 朱骥良,吴中年. 颜料工艺学 [M] (第二版). 化学工业出版社,2002:1-2.

[6] 肖冈,孙朝辉. 杂环有机颜料的新技术进展(一) [J]. 上海染料,2001,29(6):27-05.

[7] 肖刚,孙朝辉. 杂环有机颜料的新技术进展(二) [J]. 上海染料,2002,30(1):24-27.

[8] 张荣成,高健. 芳香族硝基化合物还原制芳胺生产工艺评析 [J]. 化工矿物与加工,2000(8):29-31.

[9] Abinash, Agrawal, Paul, et al. Reduction of Nitro Aromatic Compounds by Zero-Valent Iron Metal [J]. Environ. Sci. Technol, 1996(30):153-160.

[10] 张竹霞,吕荣文,张珂珂等. 水合肼还原芳硝基物的研究 [J]. 精细化工,2001,18(4):241-243.

[11] 桂林,王纪康,严巍. 催化加氢技术在精细化工中应用 [J]. 化工生产与技术,1997(3):27-29.

[12] 赵纯洁,夏少武,骨架镍催化剂活性原因的分析,青岛化工学院学报,2002,23(3):12-15.

[13] U. Birkenstok, R. Holm, B. Reinfandt. Surface analysis of Raney Ni catalyst [J]. J. Catal. 1985(93):55-67.

作者简介:

庆九(1969-),男,硕士,主要从事食品科学、生命科学和高档有机颜料及染料等精细化学品的研究。

出现了许多新的紧张剂。化学分析方法具有灵敏度高、易于使用等优点,可以设计高精度检测仪器。结合现代计算机技术,使用表面活性剂可以降低检测限制,提高分辨率,并广泛用于化学分析。

参考文献:

[1] 车妙树. 一种可循环泡沫钻井液体系研究 [J]. 西南石油大学学报:自然科学版,2019,32(5):141+145.

[2] 占华全. 表面活性剂增敏硝普钠分光光度法测定甲硝唑 [J]. 化学研究与应用,2019,23(6):784+787.

[3] 程昌伟. 表面活性剂增敏荷移反应紫外分光光度法测定三聚氰胺 [J]. 分析实验室,2019,30(8):65-68.

[4] 吴才肇. 以十六烷基三甲基溴化铵为增敏剂催化光度法测定痕量铬(VI) [J]. 分析化学,1999,27(6).

[5] 张萍清. 双表面活性剂协同增敏二甲酚橙光度法测定镉的研究与应用 [J]. 光谱实验室,2019,18(05):607-609.

[6] 杨亚谋. 表面活性剂增敏催化动力学光度法测定痕量钡 [J]. 分析实验室,2019,29(5):86-88.