

对异丙基甲苯的制备

刘全志 (浙江仙居药厂, 317300)

1 前言

对异丙基甲苯为无色透明液体本身是一种祛痰、止咳、平喘药物有芳香味, 广泛用作溶剂, 也用作染料、医药和香料的中间体。它是以樟脑和五氧化二磷反应或以萘二烯作原料, 在铜-镍催化剂存在下加热发生氢负离子的分子内和分子间迁移, 最后歧化转变成对异丙基甲苯和对薄荷烷。原工艺由于生产方法不够成熟, 对异丙基甲苯的转化率低, 因此, 寻求最佳反应条件, 提高对异丙基甲苯的转化率, 便具有一定的实际意义。

2 实验部分

2.1 原料铜-镍催化剂、萘二烯、氮气。

2.2 实验方法

称取一定量萘二烯, 到入反应瓶中, 投入一定配比的催化剂, 通氮气开搅拌, 缓慢升温, 至 $170\sim 180^{\circ}\text{C}$ 反应9小时, 停止加热, 冷却至 120°C , 停止通氮气, 至室温过滤催化剂, 滤液分馏, 收集 $172\sim 174^{\circ}\text{C}$ 、 $174\sim 178^{\circ}\text{C}$ 两馏份, 称重, 分析。

2.3 正交实验:

2.3.1 因素与水平:

本实验对三个因素(A、B、C)进行了考察, 各因素所代表的意义如下:

A: 催化剂铜-镍重量比($A_1: \text{Cu}:\text{Ni} = 1.35:1$)

$A_2: \text{Cu}:\text{Ni} = 1:1$ $A_3: \text{Cu}:\text{Ni} = 1.1:1$

B: 反应温度($B_1: 174 \pm 2^{\circ}\text{C}$; $B_2: 177 \pm 2^{\circ}\text{C}$; $B_3: 180 \pm 2^{\circ}\text{C}$)

C: 催化剂用量: ($C_1: 3.5\% C_3: 2\% + 3\%$ 旧催化剂 $C_2: 1.5\% + 3\%$ 旧催化剂)

本实验选择 $L_8(3^4)$ 正交表

2.3.2 正交实验数据与处理:

正交实验结果以产品的收率为考察指标。

根据表1, 比较 K_1 、 K_2 和 K_3 , 初步得到最适宜因子搭配为 $A_3B_3C_2$ 。

3 讨论:

3.1 为了计算结果形象化且看看各因子变化趋势, 我们作三因子趋势图:

从图中我们可以看出 $A_3B_3C_2$ 确为各因子的最适宜条件。

3.2 为进一步验证诸因素对反应的影响程度, 为验证有否必要再做一次试验, 我们将试验数据进行方差分析。

从分析表中可以看出 $FA < F_{9.05} = 19$, 说明本实验的各因素水平对试验结果影响不大, 本实验中的最适宜条件组合即最佳条件组合。

3.3 最佳工艺条件确定:

根据2、3.2、3.1、3.2的结果分析, 可以确

表1 正交试验的数据处理结果表

因 子 序 号	项 目	试 验 条 件			试 验 结 果	
		A	B	C	收 率 Xi%	Xi% 50%
一		A ₁	B ₁	C ₃	52	2
二		A ₁	B ₂	C ₁	69.3	19.3
三		A ₁	B ₃	C ₂	76.7	26.7
四		A ₂	B ₁	C ₂	67.7	17.7
五		A ₂	B ₂	C ₃	72.7	22.7
六		A ₂	B ₃	C ₁	72	22
七		A ₃	B ₁	C ₁	75.3	25.3
八		A ₃	B ₂	C ₂	79.3	29.3
九		A ₃	B ₃	C ₃	77	27
K ₁		48	45	66.6	192	
K ₂		62.4	71.3	73.7		
K ₃		82.4	75.7	51.7		
R		33.6	30.7	22		

定, A₃A₃C₂ 实验条件为最佳条件, 制备对 异的基
甲苯较佳的工艺条件为: 佳化剂铜: 镍 = 1.1:1

反应温度为: 180 ± 2°C

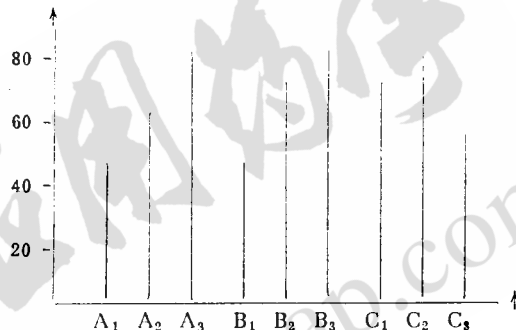


表2 方差分析表

方差来源	平方和	平均平方和	自由度	F 值	临界 F 值	显著性
催 化 剂	189.44	97.72	2	2.482	F _{0.05} = 19	
反应温度	183.73	91.87	2	2.407		
催化剂量	84.05	42.03	2	1.101		
误 差	76.32	38.16	2			
	533.54		8			

催化剂用量: 2% + 3% 旧催化剂

收稿日期: 1996—07—22