

20立升苯酚硝化反应器的研制

庄世杰 黄建全 龚诗展

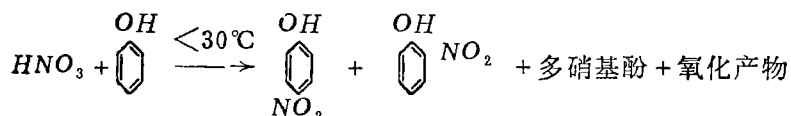
(华侨大学 福州大学)

1974年,受福州市商检局的委托,要求我们试制和生产200公斤硝基苯酚原油,作为出口皮革制品的防腐剂之用。硝基苯酚原油主要成份为邻和对硝基苯,在实验室中虽已有多种较成熟的制备方法,但不论采用哪一种方法,如仅基于实验设备的简单放大,要在短时间内进行一定批量的生产都是很困难的。

为此,我们在试制的基础上,针对已确定的制备方法,着手研制了二台日产可达10公斤的硝基苯酚原油反应器。同时,为使生产得以安全和顺利进行,我们还设计和装配了相应规模的配套工艺流程。

经过实践检验,设备的生产能力达到了预定的要求,顺利和按时地完成生产任务,提供的产品质量也合乎使用要求。^[1]

关于皮革防腐的硝基苯酚,其有效成份为对位异构体^[2]。经过试制,决定采用苯酚缓慢加入稀硝酸的方法制备供皮革防腐用的硝基苯酚原油。这个制备方法的主要化学反应如下:



在上述的反应中,为了保证得到尽可能多的对硝基苯酚,反应温度的控制是个关键^[3-5]。这是因为:

- 1、上述反应是个放热反应,每导入一个 $-\text{NO}_2$,放出36.4~36.6〔千卡/克分子〕的热;
- 2、随着反应温度的升高,反应产物中,对位异构体的比率有所降低;
- 3、反应温度的升高,尚有利于多硝化和氧化付反应。

因此,如何简便而有效地对反应温度加以控制,防止由于苯酚快速反应时,可能出现的局部过热现象,便成为研制任何形式苯酚硝化反应器都必须优先考虑的问题。

通常,人们为此而采用的反应器形式,实际上是属于附有机机械搅拌装置的釜式反应器。但是,对于快速放热反应体系来说,这种反应器的搅拌效果和传热效率并不理想。加之,在

加料方式上, 苯酚是以液滴形式逐滴加进酸液中的, 这样也易于造成反应液的局部过热现象。所以, 为了保证产品的质量, 这类反应器的生产能力是很难发挥的。

我们用于生产的苯酚硝化反应器, 是一种附有苯酚雾化器的釜式反应器 (见图 1)。苯酚雾化器 (见图 2) 的作用原理, 系藉助于压缩空气流经喷嘴时动—静压的相互转化关系,

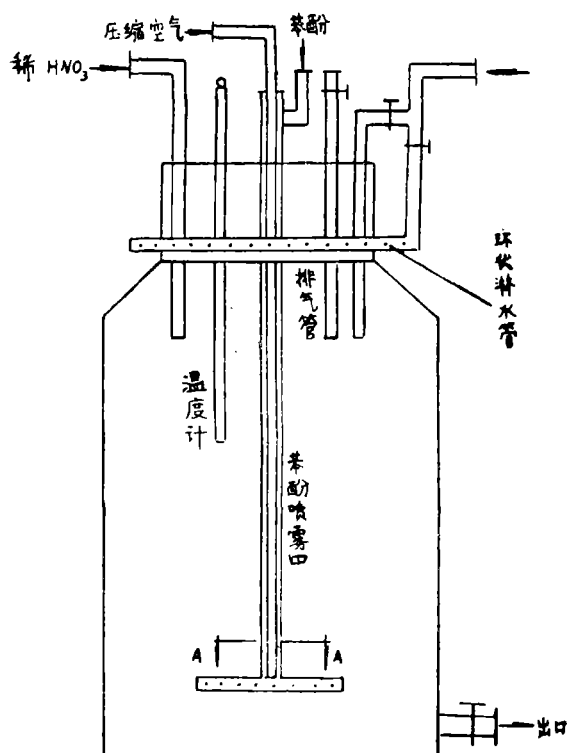


图 1 硝基苯酚反应器示意图

把苯酚连续雾化成细小的液滴^[7]然后加入酸液中。而与苯酚一起进入酸液中的压缩空气, 则在引起反应液的剧烈搅动后, 由反应器的顶部排出。排出的压缩空气, 由于气—液的直接传热而携来自反应液的大量反应生成热。反应生成热的其余部份则由反应器的外壁喷淋冷却移走。

这种反应器, 由于改善了苯酚与硝酸的反应条件, 又能及时从反应器内部移走大量的反应生成热, 所以不仅产品的质量得了保证和提高, 而且设备单位容积的生产能力也得到了较好的发挥。

二

以 20 立升苯酚硝化反应器为主体的生产硝基苯酚原油的配套工艺流程, 不仅对于生产的顺利进行是必要的, 也是为了使操作人员尽量避免接触到对人体有害的生产物料。

图 3 即为本生产工艺流程的示意图。按此流程, 生产所用的原料 (硝酸和苯酚), 经调配浓度后 (要求硝酸比重约 1.1, 苯酚比重约 1.0); 由水喷射泵分别提升至高位槽备用。反应器 (实际生产中, 我们系并联使用二台各 20 立升的反应器, 这里只介绍其中一台反应器的

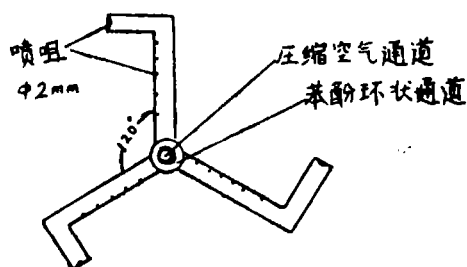


图 2 苯酚雾化器 (A—A 俯视图)

确定的反应温度,是受反应条件所制约的。随着反应条件的改善,完全可以相应地放宽对反应温度的限制。

所以,与机械搅拌式的釜式反应器相比较,附有苯酚雾化器的釜式反应器,不仅设备简单,操作方便,而且在一般室温下,无需进一步采取其它的冷却措施,即可顺利地进行生产,这也给生产带来了很大的方便。

其次,苯酚雾化器是本反应器的关键性部件。在设计时,既要注意到喷嘴的大小、数量以及它们在反应器中的位置和方向,也要选择好所需压缩空气的气量和压力,以使苯酚能够均匀地雾化和布散,又使反应液能够得到充分地搅拌。在设计时,让雾化苯酚的气——液比适当提高,既有利于反应液的搅拌,也有利于通过气体以带走更多的反应热。

* * *

20立升苯酚硝化反应器(即附有苯酚雾化器的釜式反应器)制作简便,是在实验室条件下,实现硝基苯酚小批量生产的有效途径之一。也是工业生产中进行硝化反应时可以借鉴的中间试验成果。

在本装置的生产操作中,应该特别注意观察反应器内的反应情况,当反应一旦失去控制时,仍有发生冲爆的危险。

参 考 资 料

一、关于出口皮鞋防腐问题的意见(74)榕检轻字第0010号(74)闽轻鞋创字第82号中华人民共和国福州商品检验局福建省轻工业品进出口公司

二、Kozarstri 1963, 13, NO6, 180—183捷克“轻工业文摘”2, 19.(1964)
1962, 12, NO11, 338—340捷克“轻工业文摘”9, 27(1963)

三、H.H伏洛茹卓夫, 中间体及染料合成原理。高等教育出版社(1958)

四、S. veibel, Ber 63, 1577(1939)

五、Nature 158, 514(1946)

六、堀口博, “实验、有机合成论”下卷, 158—160

七、喷雾干燥, 大连工学院化工系, 化学工程。1976, 第1—3期