

文章编号: 1006-9941(2007)01-0095-01

2-甲基吡啶氧化工艺研究

高世杰^{1,2}, 舒远杰², 李旭光^{1,2}, 宗和厚², 熊鹰²

(1. 西南科技大学材料科学与工程学院, 四川 绵阳 621010;

2. 中国工程物理研究院化工材料研究所, 四川 绵阳 621900)

2-甲基吡啶是一种含氮杂环化合物, 将其在一定条件下氧化后可得到吡啶羧酸。吡啶羧酸及其盐是一类重要的中间体, 在含能材料领域有重要应用。

2-甲基吡啶氧化方法主要有分子氧液相催化氧化法以及试剂氧化法如硝酸氧化法、高锰酸钾氧化法等。分子氧液相催化氧化法的缺陷在于产物收率较低, 一般为20%~30%; 硝酸氧化法需要250℃以上的高温, 对设备的腐蚀也相当严重。高锰酸钾氧化法所得产品质量较好, 但传统制备方法由于反应中介质水的用量较多, 后处理过程相当耗时, 反应温度较高也不利于操作。

吡啶-2-羧酸的合成路线如图1所示。

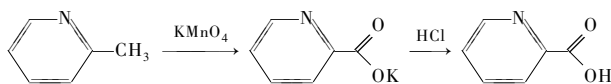


图1 吡啶-2-羧酸的合成路线

Fig. 1 Synthesis of picolinic acid

本实验对高锰酸钾氧化反应工艺条件进行了改进, 大大减少了水的用量, 大幅缩短了后处理时间, 降低反应温度后, 反应条件更温和, 易于操作。

温度对反应的影响, 如图2所示。反应介质水用量的影响, 如图3所示。

由图2表明: 80℃时产物的收率最高; 升高反应温度能显著缩短反应时间, 但在80℃反应时间也只是比100℃时略长。所以此反应的最佳温度为80℃。

由图3表明: 水的用量为150 mL(反应物0.067 mol 2-甲基吡啶)时反应时间较短而收率相对最

高。水的用量继续增多时, 收率大幅下降, 且反应时间增加。因此, 该条件下反应的最佳用水量为150 mL。

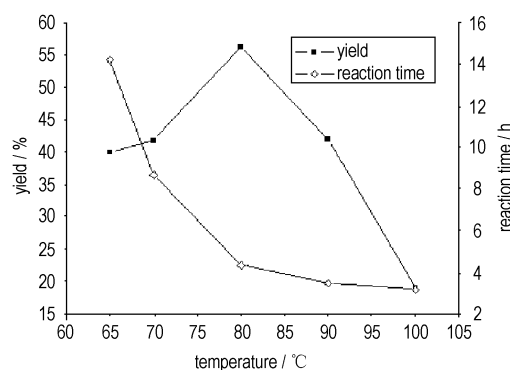


图2 温度对反应的影响

Fig. 2 Effect of temperature on the reaction

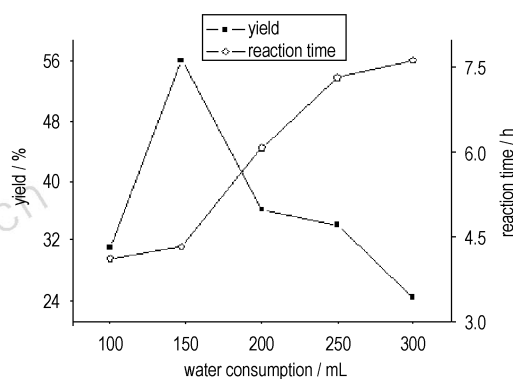


图3 水用量对反应的影响

Fig. 3 Effect of water consumption on the reaction

同现有的方法相比, 本工艺水的用量由原来的470 mL减为150 mL, 后处理的时间大大缩短; 反应温度由原来的100℃降低至80℃, 反应条件更温和, 有利于操作; 产物析出的pH值调节到3.0~3.5, 更有利于产物的析出。改进后工艺明显简化。

关键词: 有机化学; 2-甲基吡啶; 氧化; 应用

中图分类号: TJ55; O62

收稿日期: 2006-11-28; 修回日期: 2006-12-05

基金项目: 国家自然科学基金-中国工程物理研究院联合基金重点资助(10576030)

作者简介: 舒远杰(1969-), 男, 研究员, 从事含能材料制备与性能研究。