

对苯二胺的合成及其谱学研究

吕赛汉 钟爱国^①

(台州学院化工系 浙江省临海市 317000)

摘 要 本文研究了温度、反应时间、原料配比和溶剂等因素对合成对苯二胺的影响。所得产物经 IR、¹H-NMR 检测, 结果令人满意。

关键词 对苯醌, 对苯二肼, 对苯二胺, 合成, 红外光谱, 核磁共振谱。

中图分类号: O657. 2; O657. 33 **文献标识码**: B **文章编号**: 1004-8138(2006)01-0136-02

1 前言

对苯二胺(*p*-PDA), 系染料、橡胶防老剂和材料等工业的重要中间体。其工业化生产是以对硝基苯胺, 对硝基氯苯, 对氨基偶氮苯或者对二氯苯等为原料, 经均相催化氯化还原、浓缩、结晶、真空蒸馏而得, 反应繁琐, 原料难寻, 污染重; 本实验以易得的对苯醌为原料, 以新型多孔催化剂雷尼镍快速地合成出其产品, 并对其进行了红外光谱和核磁共振波谱的确认^[1]。

2 实验部分

2.1 仪器和试剂

FTIR-8400 红外分光光度计(日本岛津公司)、Varian Mercury Vx-200 型核磁共振波谱仪(美国 Varian 公司);

盐酸羟胺、对苯醌、水合肼、盐酸、无水乙醇(均为化学纯)。

2.2 对苯二肼的制备

在 100mL 烧瓶中加入对苯醌 1g, 盐酸羟胺 3.03g, 溶于 30mL 乙醇中, 再加碳酸钡 2.66g, 回流 3h 后, 减压蒸馏, 向瓶中加入 150mL 0.2mol · L⁻¹ HCl, 过滤得黄色固体产品 0.8g, 产率 70.5%。mp: 240 °C。¹H-NMR(DMSO-d₆): 6.5—7.5(4H, m, ArH), 12.15(2H, s, OH)。

2.3 对苯二肼加氢制备对苯二胺

在 250mL 烧瓶中加入对苯二肼 2g, 雷尼镍 1.0g, 100mL 乙醇, 缓加 N₂H₄ · H₂O 后, 加热回流 5h, 抽滤。得对苯二胺产品, 称量 1.3g, 产率为 83%, mp: 146—147 °C。¹H-NMR(DMSO-d₆)(图 1); IR(图 2)。

3 结果与讨论

由图 2 可知: (1) 在 3372.3cm⁻¹ 和 3302.9cm⁻¹ 处有尖锐的双峰, 为 N—H 振动吸收峰; 在 1264.3cm⁻¹ 处为 Ar—H 的振动吸收峰, 同时在 1515.9、1629.7 处及 3006.8cm⁻¹ 处有吸收峰证明

^① 联系人, 电话: (0576)5285086; E-mail: linhaizag@peoplemail.com.cn

作者简介: 吕赛汉(1984—), 男, 浙江省舟山市人, 台州学院生化系 05 届毕业生, 从事有机合成方面的研究。

收稿日期: 2005-06-26; 接受日期: 2005-07-13

分子中含有苯环。(2) 在 824.5cm^{-1} 处出现强峰, 说明该芳香族为二取代化合物, 且为对位产物。(3) 测得其熔点为 $146\text{--}147\text{C}$, 与对苯二胺的熔点吻合。 H-NMR 检测结构可靠。(4) 二步反应产率较高 (70.5% ; 83%), 反应条件温和污染小, 催化剂可重复利用, 工艺简洁易行。

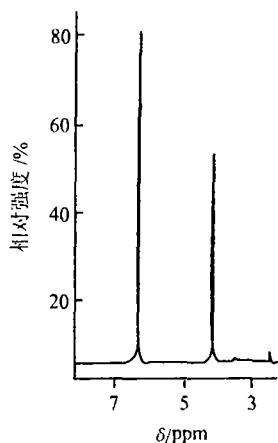


图 1 对苯二胺的核磁共振图谱

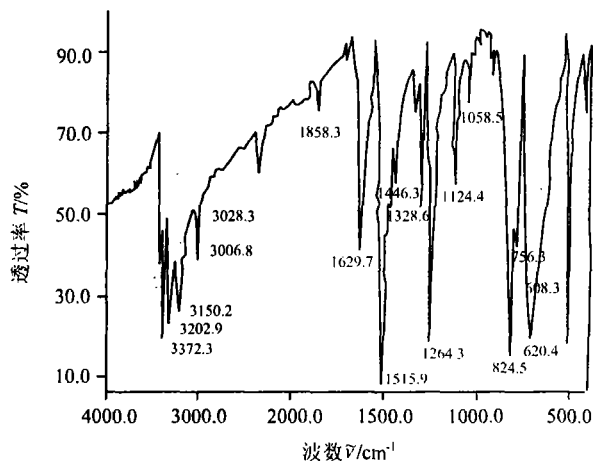


图 2 对苯二胺的红外(IR)图谱

4 结论

- (1) 该法反应条件温和污染小, 简洁易行。
- (2) 产物经 IR, $^1\text{H-NMR}$ 检测结果可靠。

参考文献

- [1] 叶惠红. 加氢法合成对苯二胺的研究[J]. 辽宁化工, 1993, (5): 45--46.

Synthesis and Spectra Research of *p*-Phenylenediamine

LU Sai-Han ZHONG Ai-Guo

(Department of Chemistry Engineering, Taizhou College, Linhai, Zhejiang 317000, P. R. China)

Abstract *p*-phenylenediamine was synthesized and identified by IR, H-NMR . The experimental conditions such as temperature, reaction time, feed proportioning a solvent, were optimized with the monofactor method. The results are satisfactory.

Key words *p*-Benzoquinone, *p*-Benzodioxime, *p*-Phenylenediamine, Synthesis.

关于征收报名费的通知

各有关作者:

从 2006 年 1 月 1 日起, 本刊开始征收报名费, 即: 向本刊投稿的作者, 请同时汇寄报名费 (10 元/篇)。由于款额较小, 请作者务必用邮票支付, 即将邮票 10 元/篇装入信封中, 邮寄到本刊联络处, 地址: 北京市 81 信箱 66 分箱 刘建林, 邮编: 100095。

本刊继续免收审理费, 但审理后录用又撤稿者, 下次投稿时须交审理费。

特此通知

《光谱实验室》编辑部

2006 年 1 月 1 日