

文章编号: 1005-8893 (2002) 02-0017-02

羟基乙酸的合成研究^{*}

杨晓辉¹, 彭银仙²

(1. 南京无线电工业学校, 江苏 南京 210000; 2. 华东船舶工业学院, 江苏 镇江 212000)

摘要: 以氯乙酸为原料合成了羟基乙酸, 研究了多种反应条件下反应过程, 尤其对反应温度和氢氧化钠质量分数等条件进行了筛选, 有效控制了聚合反应的进行, 同时使得氯乙酸原料中的杂质二氯乙酸反应成羟基乙酸, 经过提纯分离使最终羟基乙酸的收率达95%, 产品质量分数达98%以上。

关键词: 控制; 羟基乙酸; 合成

中图分类号: TQ 124.4 **文献标识码:** A

羟基乙酸 (Hydroxyacetic acid) 又称乙醇酸 (Glycollic acid), 羟基乙酸是十分重要的精细化工中间体, 在国家十五规划中把羟基乙酸列为主要的化工开发品种。羟基乙酸有着广泛重要的用途, 在洗涤行业用于清洗水垢和井水净化, 羟基乙酸可以自聚合成, 与乳酸聚合形成易生物降解的高分子材料^[1], 这也是羟基乙酸最有发展前景的用途之一。

自1848年以来, 已发明了很多合成方法^[1,2],

①甘氨酸的亚硝酸氧化法, ②羟基乙腈的酸性水解法, ③氯乙酸在碳酸钙或碳酸钡存在下水解法, ④氧化法: 以羟基乙醛、己糖, 苯甲酸异戊酯、5-氧代二葡萄糖酸酯氧化制得, ⑤氯乙酸的氢氧化钠水解法, ⑥甲醛羰基化法。以上合成路线各有其特点, 其中①~④种方法普遍存在合成成本高, 反应收率不够理想的问题, 而方法⑥原料成本低, 其反应从理论上讲也是一条先进的合成路线, 三废也很少, 但该反应对反应压力要求高, 因此, 最终我们选用氯乙酸的氢氧化钠水解法进行研究。

1 实验

1.1 试剂和仪器

试剂: 氯乙酸 (工业级), $w \geq 97\%$, 泰兴中

丹集团, 氢氧化钠 (CP), $w \geq 99\%$, 氯化锌 (CP), $w \geq 99\%$, 甲醇 (工业级), $w \geq 99.5\%$, 南化公司, 重氮甲烷 (自制), 盐酸 (工业级), $w \geq 30\%$, 常州化工厂。

1.2 仪器

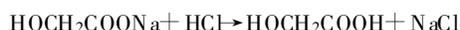
500 mL 四口瓶、冷凝管、搅拌器、精馏柱; SP-6800 气相色谱仪, 固定相 SE-30。

1.3 羟基乙酸的氢氧化钠水解合成

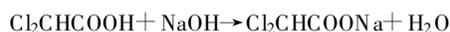
将一定量氯乙酸和一定质量分数 NaOH 水溶液加入四口瓶中, 在一定温度下进行水解反应, 反应过程中取样通入重氮甲烷进行理论酯化后进行色谱分析, 确定反应物料的组成, 反应结束加入盐酸酸化, 蒸去水份, 分次过滤掉氯化钠, 加入丙酮后分离出羟基乙酸的丙酮溶液, 进行精馏, 先常压精馏出丙酮, 后减压精馏得高纯度的羟基乙酸。

1.4 反应过程

主反应——氯乙酸水解:

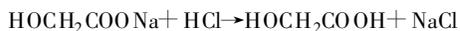
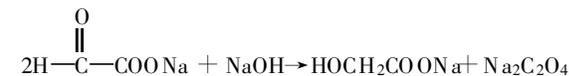
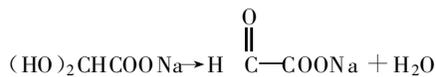
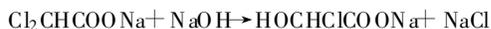


辅助反应——二氯乙酸水解:



* 收稿日期: 2002-04-11

作者简介: 杨晓辉 (1962-), 女, 江苏南京人, 硕士生。



2 结果与讨论

2.1 氢氧化钠质量分数对反应的影响

分别配制了质量分数为 5%, 10%, 15%, 20%, 25%, 30%, 35% 的氢氧化钠水溶液与氯乙酸在 80 °C 反应温度下, 以氢氧化钠 (折百) 与氯乙酸的摩尔质量比为 1.1 : 1 进行反应, 反应 10 h, 其结果见表 1。

表 1 氢氧化钠质量分数对反应的影响

NaOH 质量分数, %	5	10	15	20	25	30	35
羟基乙酸收率, %	45.6	55.3	64.2	77.8	89.0	95.3	96.2
羟基乙酸质量分数, %	96.3	95.8	98.0	98.3	98.6	98.7	98.7

由上表可以看出当氢氧化钠质量分数为 30% 时反应收率较理想。

2.2 反应温度对反应的影响

以质量分数 30% 氢氧化钠的水溶液与氯乙酸反应其摩尔质量比为氢氧化钠 : 氯乙酸 = 1.1 : 1, 反应温度分别为 50 °C, 60 °C, 70 °C, 80 °C, 90 °C, 100 °C 分别进行反应 10 h, 其结果见表 2。

2.3 反应时间对反应的影响

取质量分数为 30% 的氢氧化钠, 反应温度为

80 °C 进行反应并同时同时进行气相色谱跟踪分析, 从而保证足够的反应时间, 其反应结果见表 3。

表 2 反应温度对反应的影响

反应温度/°C	50	60	70	80	90	100
羟基乙酸收率, %	38.7	61.2	80.8	96.1	96.2	95.9
羟基乙酸质量分数, %	94.2	96.7	98.5	98.8	98.9	98.9

表 3 反应时间对反应的影响

序次	羟基乙酸		
	收率, %	质量分数, %	反应时间/h
1	94.6	98.7	10.1
2	95.3	97.3	9.6
3	97.1	99.0	11.1
4	93.2	97.6	10.1
5	96.7	98.5	11.0
6	96.5	98.1	10.1
7	95.2	97.4	10.2
8	93.7	98.5	10.2
平均值	95.2	98.1	

由表 3 可知反应时间一般不超过 12 h, 因此以 12 h 的反应时间比较合理, 在该条件下可以收率达 95%, 产物质量分数达 98%。

3 结论

以氯乙酸为原料在碱性条件下进行水解, 采用直接精馏分离技术, 可以使羟基乙酸的收率达到 95% 以上, 产品质量分数达到 98% 以上。

参考文献:

- [1] 陈栋梁. 乙醇酸的合成及应用 [J]. 合成化学, 2001, 9 (3): 194-198.
- [2] Kobetz B, Lindasy K L. Glycolic Acid [P]. US: 3867440, 1975-02-18.

The Study of Synthesis of Hydroxyacetic Acid

YANG Xiao-hui¹, PENG Yin-xian²

(1. Nanjing Radio Industry School, Nanjing 210000, China)

Abstract: Hydroxyacetic acid was synthesized by the hydrolysis of chloroacetic acid in the presence of aqueous NaOH. The effect of reaction temperature and concentration of sodium hydroxide on the reaction was investigated. Under the optimum condition, side reactions, such as the condensation of acids and formation of impurities e. g. dichloroacetic acid, could be inhibited, the yield of hydroxyacetic acid reached above 95%. The procedure is as follows: the raw product from hydrolysis was acidified; the formed NaCl was removed by filtration; the filter liquid was mixed with acetone; the formed acetone solution containing hydroxyacetic acid was distilled; acetone was separated out. The product with purity of more than 98% was obtained through the vacuum distillation of the remainder.

Key words: prohibition; hydroxyacetic acid; reaction