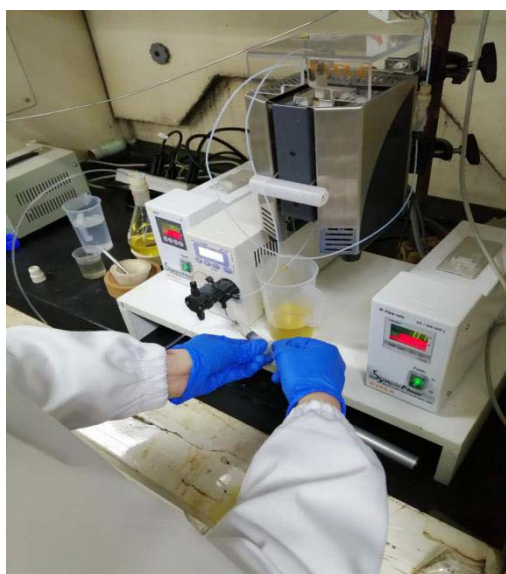
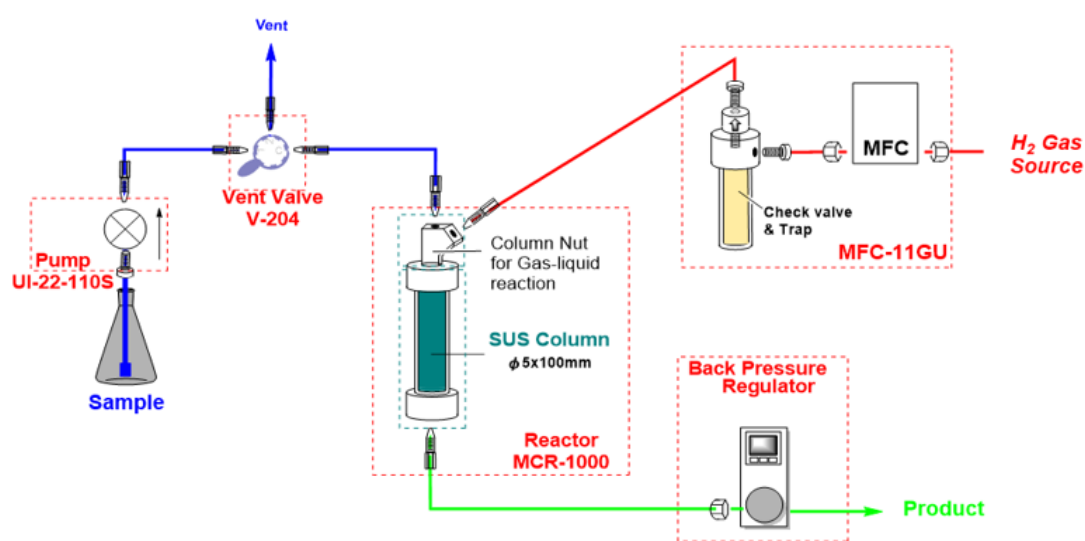
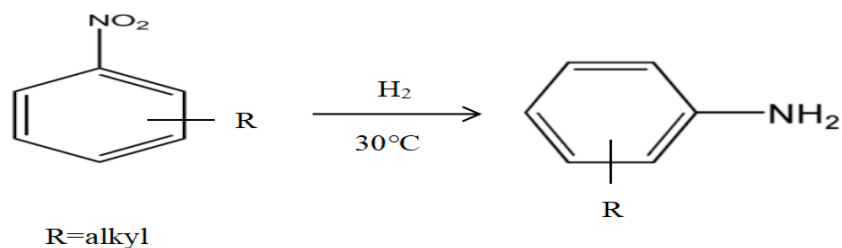


## EYELA 连续流动氢化反应装置-硝基的还原

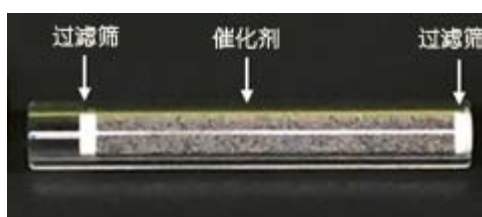
MCR-1000 连续流动氢化反应装置是基于连续流动合成方法的原理和标准而开发的连续流动反应设备。该设备主要包含送液系统、导气系统、反应系统、控温系统、背压系统。MCR-1000 采用铝块加热方式，50-200℃ 范围内进行高精度反应温度调节。反应系统包括反应柱（规格为内径 3·5·10mm×长度 50·100mm），反应柱内填充催化剂，柱子两端的筛板防止流动反应时催化剂流出柱子从而省去过滤流出产物中催化剂的麻烦。

MCR-1000 连续流动氢化反应主要通过向反应器中填充催化剂的方法，使反应过程中催化剂与氢气充分直接接触，达到完全催化的效果。EYELA MCR 连续流动氢化反应装置示意图如下：





反应柱规格为：长 100 mm，外径 8 mm，内径 5 mm；反应柱的入口和出口处应各安装一个过滤筛，过滤筛孔径为 10  $\mu\text{m}$



催化剂：市售 Pd/C 催化剂



实验流程及条件：（1）将市售 Pd/C 催化剂装填至反应柱内并用过滤筛固定柱子端口。将该反应柱插入 MCR 主机内并确定液体流路和气体流路连通。（2）溶剂通过注射筒将柱塞泵中气体排空同时注射筒吸入一定量溶剂，盲栓堵住氢气导入口，开启柱塞泵，将溶剂以 0.5 ml/min 的流速鼓入反应器中，收集流出溶剂。（3）待上述溶剂流速稳定一段时间后将进样液体更换为实验原料（硝基烷基苯），柱塞泵以 0.2ml/min 流速将反应物鼓入反应器中，打开盲栓氢气以 1 mL/min 流速同时吹入反应器中硝基烷基苯进行催化氢化反应，维持反应器温度在 30  $^{\circ}\text{C}$ ，流出物不断地从末端流出。（4）对流出物进行 TLC 薄层色谱点板分析，结果无硝基烷基苯点，反应完全。（5）整个反应体系的压力在任何时候都保持在 0.5 MPa 以下，稳定运行期间的压力维持在 0.2 MPa 以下，出口背压阀压力设定在 40 psi 保证流出物流速稳定，也保证反应物在反应器中一定的滞留时间。