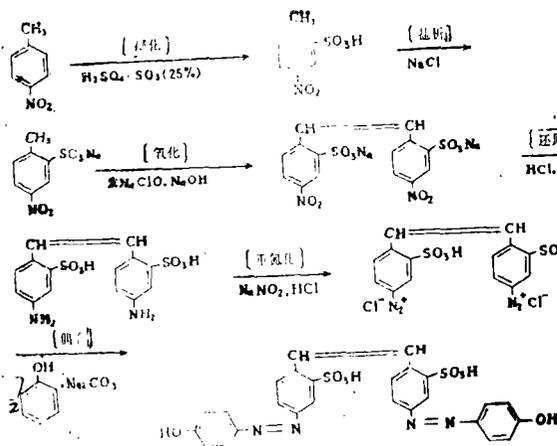


# 亮黄的制备

周廷森 王秀钧 魏金友 王舜娟

亮黄 (Bright yellow), 又名直接黄 4 (Direct yellow four), 化学名为 4, 4'-双〔(1-偶氮基)4-羟基苯〕-二苯乙烯-2, 2'-二磺酸钠盐。本品在生物化学、微生物学、医院临床等方面用于细胞染色, 亦可用作酸碱指示剂以及检查钴、镁、镍的试剂。根据文献资料, 我们以对硝基甲苯为原料, 经磺化、氧化、还原和重氮化-偶合反应而得到产品。制备过程中

## 合成路线



改进了盐析、反应温度、偶合等反应条件, 从而稳定了中间体及最后产品质量, 降低了部分原料消耗, 现已投入生产。本品经长海医院病理科细菌染色试验合格, 根据上海市化学试剂公司检验科提供技术要求进行检验, 质量合格。主要质量标准是: pH变色范围 6.8~8.4; 灼烧残渣 ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) 不大于 30% 干燥失重不大于 6%; 水溶解度试验合格。

## 实验操作

### 一、4-硝基甲苯-2-磺酸钠的制备

在三颈瓶中加入 25% 发烟硫酸 360g, 搅拌下分次加入对硝基甲苯 137g (温度不超过 55℃), 水浴上加热 55~60℃ 1.5 小时, 待反应完后将反应液倒入 800ml 水中, 搅拌下加入食盐 80g 进行盐析, 冷却, 吸滤, 用 18% 食盐溶液洗涤, 产率 90%。

### 二、4, 4'-二硝基二苯乙烯-2, 2'-二磺酸钠的制备

烧杯中加入硝基甲苯磺酸钠 120g, 加水 800ml 热至 60℃, 用无水碳酸钠中和到碱性, 滤去不溶性杂质, 滤液转入三颈瓶中, 搅拌下滴加 35% 氢氧化钠 112.5g。温度维持在 45~50℃ 滴加 5% 次氯酸钠溶液 1200g (含 6% 氢氧化钠), 滴完后保温搅拌 6 小时, 冷却, 盐析, 吸滤, 饱和食盐水洗涤, 产率 55~60%。

### 三、4, 4'-二氨基二苯乙烯-2, 2'-二磺酸的制备

将 4, 4'-二硝基二苯乙烯 2, 2'-二磺酸钠 47.4g 溶于 250ml 水中, 用盐酸中和至刚果红呈弱酸性。在三颈瓶中加水 250ml、铁屑 60g 和 30% 盐酸 5ml, 搅拌下煮沸 10 分钟。在温度 98~99℃ 并在搅拌下滴加上述二硝基二苯乙烯二磺酸溶液, 加完后煮沸 30~60 分钟, 检查反应终点。反应完后加入无水碳酸钠, 对石蕊试纸呈碱性, 滤去残渣, 用热水洗涤, 滤液冷至室温, 用盐酸酸化至 pH 3~4, 放置过夜, 吸滤, 蒸馏水洗涤, 产率 80%。

### 四、亮黄的制备

1、重氮盐的制备: 在三颈瓶中加入 4, 4'-二氨基二苯乙烯 2, 2'-二磺酸 100g, 碳酸钠 40g, 水 500ml, 溶解后过滤, 溶液中加入盐酸 100ml, 冷至 5℃ 以下, 滴加亚硝酸钠溶液, 用碘化钾淀粉试纸检查终点, 反应完后继续搅拌 5 分钟, 溶液低温保存备用。

2、偶合反应: 烧杯中加入碳酸钠 66g, 氢氧化钠 20g 和苯酚 60g, 溶解后过滤, 滤液转入三颈瓶中, 冰浴冷却, 搅拌下分次将重氮盐溶液加入三颈瓶中, 加完后继续搅拌 30 分钟, 温热至 50℃, 用盐酸调节 pH 7~7.5, 冷却吸滤, 冰水洗涤, 60℃ 干燥, 黄色粉末, 产率 79%。  
(刘丽琳审阅)