



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 108947873 A

(43)申请公布日 2018.12.07

(21)申请号 201810988997.4

(22)申请日 2018.08.28

(71)申请人 江苏省农用激素工程技术研究中心
有限公司

地址 213022 江苏省常州市新北区圩塘化
工区长江北路1218号

申请人 南京高恒生物科技有限公司

(72)发明人 孙永辉 邹佩佩 刘晓佳 蒋旭明

(74)专利代理机构 常州市江海阳光知识产权代
理有限公司 32214

代理人 孙晓晖

(51) Int. Cl.

C07C 303/40(2006.01)

C07C 311/16(2006.01)

权利要求书1页 说明书2页

(54)发明名称

2-(3,3,3-三氟丙基)苯磺酰胺的制备方法

(57)摘要

本发明公开了一种2-(3,3,3-三氟丙基)苯磺酰胺的制备方法,它是由2-(3,3,3-三氟-1-丙烯基)苯磺酰胺经还原反应得到;还原反应是在镁条和甲醇的存在下进行的。2-(3,3,3-三氟-1-丙烯基)苯磺酰胺与镁条的摩尔比为1:1~1:3;2-(3,3,3-三氟-1-丙烯基)苯磺酰胺与甲醇的重量比为1:3~1:10;还原反应温度为10~60℃;还原反应时间为1~5h。本发明采用镁条+甲醇还原体系还原2-(3,3,3-三氟-1-丙烯基)苯磺酰胺,相比于贵金属催化氢化操作简单,生产成本较低。本发明通过对反应条件进行优化,能够获得较高的反应收率和产物纯度,适合工业化大生产。

1. 一种2-(3,3,3-三氟丙基)苯磺酰胺的制备方法,它是由2-(3,3,3-三氟-1-丙烯基)苯磺酰胺经还原反应得到;其特征在于:所述还原反应是在镁条和甲醇的存在下进行的。

2. 根据权利要求1所述的2-(3,3,3-三氟丙基)苯磺酰胺的制备方法,其特征在于:所述2-(3,3,3-三氟-1-丙烯基)苯磺酰胺与所述镁条的摩尔比为1:1~1:3。

3. 根据权利要求1所述的2-(3,3,3-三氟丙基)苯磺酰胺的制备方法,其特征在于:所述2-(3,3,3-三氟-1-丙烯基)苯磺酰胺与所述甲醇的重量比为1:3~1:10。

4. 根据权利要求1所述的2-(3,3,3-三氟丙基)苯磺酰胺的制备方法,其特征在于:所述还原反应温度为10~60℃。

5. 根据权利要求1所述的2-(3,3,3-三氟丙基)苯磺酰胺的制备方法,其特征在于:所述还原反应时间为1~5h。

6. 根据权利要求1至5之一所述的2-(3,3,3-三氟丙基)苯磺酰胺的制备方法,其特征在于:所述2-(3,3,3-三氟-1-丙烯基)苯磺酰胺与所述镁条的摩尔比为1:2~1:3;所述2-(3,3,3-三氟-1-丙烯基)苯磺酰胺与所述甲醇的重量比为1:5;所述还原反应温度为30~40℃;所述还原反应时间为2~5h。

7. 根据权利要求1至5之一所述的2-(3,3,3-三氟丙基)苯磺酰胺的制备方法,其特征在于:所述2-(3,3,3-三氟-1-丙烯基)苯磺酰胺与所述镁条的摩尔比为1:2;所述2-(3,3,3-三氟-1-丙烯基)苯磺酰胺与所述甲醇的重量比为1:5;所述还原反应温度为30~40℃;所述还原反应时间为2h。

2-(3,3,3-三氟丙基)苯磺酰胺的制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于除草剂中间体制备技术领域,具体涉及一种氟磺隆中间体2-(3,3,3-三氟丙基)苯磺酰胺的制备方法。

背景技术

[0002] 氟磺隆(也称三氟丙磺隆)的化学名称为1-(4-甲氧基-6-甲基-1,3,5-三嗪-2-基)-3-[2-(3,3,3-三氟丙基)苯磺酰]胺,主要用于防除阔叶杂草,对苘麻属、苋属、藜属、蓼属、繁缕属等杂草具有优异的防效。适宜作物如玉米、高粱、禾谷类作物、草坪和牧场。因其在土壤中的半衰期为8~40d,在玉米植株内的半衰期为1~2.5h,明显短于其它商品化磺酰胺类除草剂在玉米植株内的代谢时间。对玉米等作物安全,对后茬作物如大麦、小麦、燕麦、水稻、大豆、马铃薯影响不大,但对甜菜、向日葵有时会产生药害。主要用于苗后除草,使用剂量为10~40g(a.i.)/ha。若与其它除草剂混合应用,还可进一步扩大除草谱。

[0003] 2-(3,3,3-三氟丙基)苯磺酰胺则是合成氟磺隆的重要中间体,对于该中间体的制备,现有技术公开了以下两种方法:

方法一:中国专利文献CN101597246A公开的以1,2-二氯-4-(3,3,3-三氟丙烷基)苯为起始原料,经磺化、氨化得到4,5-二氯-2-(3,3,3-三氟丙基)苯磺酰胺,然后经钨碳催化氢化得到2-(3,3,3-三氟丙基)苯磺酰胺。

[0004] 方法二:美国专利文献US4671819公开的以2-(3,3,3-三氟-1-丙烯基)苯磺酰胺为起始原料,直接经钨碳催化氢化得到2-(3,3,3-三氟丙基)苯磺酰胺。

[0005] 方法一合成路线较长,总收率较低,而且钨碳催化氢化操作复杂,生产成本较高。

[0006] 方法二合成路线较短,收率较高,但是仍然存在钨碳催化氢化操作复杂、生产成本较高的缺陷。

发明内容

[0007] 本发明的目的在于解决上述问题,提供一种操作简单、生产成本较低的2-(3,3,3-三氟丙基)苯磺酰胺的制备方法。

[0008] 实现本发明目的的技术方案是:一种2-(3,3,3-三氟丙基)苯磺酰胺的制备方法,它是由2-(3,3,3-三氟-1-丙烯基)苯磺酰胺经还原反应得到;其特征在于:所述还原反应是在镁条和甲醇的存在下进行的。

[0009] 所述2-(3,3,3-三氟-1-丙烯基)苯磺酰胺与所述镁条的摩尔比为1:1~1:3,优选为1:2。

[0010] 所述2-(3,3,3-三氟-1-丙烯基)苯磺酰胺与所述甲醇的重量比为1:3~1:10,优选为1:5。

[0011] 所述还原反应温度为10~60℃,优选为30~40℃。

[0012] 所述还原反应时间为1~5h,优选为2h。

[0013] 为了获得较高的反应收率和产物纯度,所述2-(3,3,3-三氟-1-丙烯基)苯磺酰胺

与所述镁条的摩尔比为1:2~1:3;所述2-(3,3,3-三氟-1-丙烯基)苯磺酰胺与所述甲醇的重量比为1:5;所述还原反应温度为30~40℃;所述还原反应时间为2~5h。

[0014] 为了获得最高的反应收率和产物纯度,所述2-(3,3,3-三氟-1-丙烯基)苯磺酰胺与所述镁条的摩尔比为1:2;所述2-(3,3,3-三氟-1-丙烯基)苯磺酰胺与所述甲醇的重量比为1:5;所述还原反应温度为30~40℃;所述还原反应时间为2h。

[0015] 本发明具有的积极效果:

(1) 本发明采用镁条+甲醇还原体系还原2-(3,3,3-三氟-1-丙烯基)苯磺酰胺制备2-(3,3,3-三氟丙基)苯磺酰胺,相比于贵金属催化氢化操作简单,生产成本较低。

[0016] (2) 本发明通过对反应条件进行优化,能够获得较高的反应收率(95%以上)和产物纯度(95%),适合工业化大生产。

具体实施方式

[0017] (实施例1)

本实施例的2-(3,3,3-三氟丙基)苯磺酰胺的制备方法具体如下:

在1L的四口反应瓶中加入400g的甲醇和80g的2-(3,3,3-三氟-1-丙烯基)苯磺酰胺(0.32mol),升温至30~40℃,控制该温度下,分批加入镁条,每30min加一次,每次加1.5g,一共加10次(共15g,0.625mol),加完最后一次,30~40℃保温反应2h。

[0018] 反应结束后,减压蒸馏甲醇,至有大量固体析出,温度不超过50℃,蒸馏结束,加入300g甲苯,降温至10℃以下,滴加10wt%的稀盐酸,调节pH=4~5,调完搅拌30min,升温至50~60℃,分层,将甲苯层降温至5~10℃,产物析出,抽滤,得到77.0g淡黄色固体,收率为95.5%,纯度为97.7%(HPLC)。

[0019] (实施例2~实施例5)

各实施例的制备方法与实施例1基本相同,不同之处见表1。

[0020] 表1

	实施例1	实施例2	实施例3	实施例4	实施例5
镁条	15g	7.7g	23g	15g	15g
甲醇	400g	400g	400g	240g	800g
产量	77.0g	72.6g	76.6g	70.2g	72.6g
收率	95.5%	90.0%	95.0%	87.1%	90.0%
纯度	97.7%	86.3%	97.2%	90.5%	95.6%

[0021] (实施例6~实施例9)

各实施例的制备方法与实施例1基本相同,不同之处见表2。

[0022] 表2

	实施例1	实施例6	实施例7	实施例8	实施例9
温度	30~40℃	10℃	60℃	30~40℃	30~40℃
时间	2h	2h	2h	1h	5h
产量	77.0g	60.5g	63.7g	68.5g	76.6g
收率	95.5%	75.0%	79.0%	84.9%	95.0%
纯度	97.7%	80.6%	93.2%	89.5%	96.1%