



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 109384682 A

(43)申请公布日 2019.02.26

(21)申请号 201811447723.0

(22)申请日 2018.11.29

(71)申请人 大连奇凯医药科技有限公司

地址 116000 辽宁省大连市金州新区双D港  
双D4街19-8号

(72)发明人 蒋斌 张洪学 姜殿平

(74)专利代理机构 大连东方专利代理有限责任  
公司 21212

代理人 赵淑梅 李馨

(51) Int. Cl.

C07C 217/84(2006.01)

C07C 213/08(2006.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54)发明名称

一种2,6-二溴-4-三氟甲氧基苯胺的制备方法

(57)摘要

本发明涉及一种2,6-二溴-4-三氟甲氧基苯胺的制备方法,属于精细化工产品制备领域。一种2,6-二溴-4-三氟甲氧基苯胺的制备方法,所述方法包括以下步骤:三氟甲氧基苯胺与氯化溴溶于有机溶剂中在缚酸剂的存在下,0~80℃温度条件下反应制得2,6-二溴-4-三氟甲氧基苯胺,所述三氟甲氧基苯胺、氯化溴与缚酸剂的摩尔比为1:2:1。本发明方法原料易得,且价格便宜,有效的降低了溴素的单耗,降低了生产成本,减少了废水,对实现该化合物的规模化生产具有重要意义。

1. 一种2,6-二溴-4-三氟甲氧基苯胺的制备方法,其特征在于,所述方法包括以下步骤:对三氟甲氧基苯胺与氯化溴溶于有机溶剂中,在缚酸剂的存在下,0~80℃温度条件下制得2,6-二溴-4-三氟甲氧基苯胺,所述三氟甲氧基苯胺、氯化溴与缚酸剂的摩尔比为1:2:1。

2. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述三氟甲氧基苯胺与氯化溴溶于有机溶剂中,在缚酸剂的存在下,0~80℃温度条件下反应12~16h。

3. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述三氟甲氧基苯胺与氯化溴溶于有机溶剂中,在缚酸剂的存在下,30~40℃温度条件下反应。

4. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述缚酸剂为三乙胺,吡啶,4-二甲氨基吡啶或N,N-二甲基甲酰胺。

5. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述有机溶剂为卤代烷烃,二氯甲烷、三氯甲烷、1,2-二氯乙烷、1,1-二氯乙烷、二溴乙烷中的至少一种。

6. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述氯化溴是按照如下步骤制备:在-15℃~10℃温度条件下,向溶有溴素的有机溶剂中持续通入氯气,所述氯气与溴素的摩尔比为1~1.2,制得氯化溴。

7. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述氯化溴是按照如下步骤制备:在-10℃~0℃温度条件下,向溶有溴素的有机溶剂中持续通入氯气,所述氯气与溴素的摩尔比为1,制得氯化溴。

## 一种2,6-二溴-4-三氟甲氧基苯胺的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于精细化工产品制备领域,具体涉及一种2,6-二溴-4-三氟甲氧基苯胺的制备方法。

### 背景技术

[0002] 2,6-二溴-4-三氟甲氧基苯胺是一种重要的农药、医药和液晶材料中间体,用于合成农用杀虫剂噻呋酰胺的中间体,具有广泛的应用和发展前景,国内外公开技术有以下几篇报道:

[0003] 在CN1043127中用对三氟甲氧基苯胺与溴素反应制备2,6-二溴-4-三氟甲氧基苯胺,缺点是成本较高;

[0004] 在CN102491910、CN103570566、CN107540561中用对三氟甲氧基苯胺与溴素/双氧水反应制备2,6-二溴-4-三氟甲氧基苯胺,虽然溴素单耗比较低,但废水量较大,不利于环保。

[0005] 在CN106631839中用对三氟甲氧基苯胺与溴酸钠/硫酸/双氧水反应制备2,6-二溴-4-三氟甲氧基苯胺,虽然溴素单耗比较低,同样存在废水量较大,不利于环保的问题。

[0006] 在其他相关文献中的以对三氟甲氧基苯胺与溴素溴化合成2,6-二溴-4-三氟甲氧基苯胺的介绍为最多,但均未能解决溴素单耗偏高的问题,同时未见有采用对三氟甲氧基苯胺与氯化溴合成2,6-二溴-4-三氟甲氧基苯胺的方法介绍。

### 发明内容

[0007] 针对上述技术问题,本发明旨在提供一种2,6-二溴-4-三氟甲氧基苯胺的制备方法,该方法以氯气与溴素在有机溶剂中制备氯化溴;以对三氟甲氧基苯胺为原料,与氯化溴的有机溶剂中在缚酸剂的存在下反应制备2,6-二溴-4-三氟甲氧基苯胺的方法,该合成路线原料便宜,易得,便于实现该化合物的规模化生产。

[0008] 氯化溴为卤素互化物,氯化溴作为溴化剂的反应活性比溴素高几十倍,对三氟甲氧基苯胺与溴素的溴化机理是亲电取代,在催化剂作用下,溴正离子与对三氟甲氧基苯胺发生亲电取代,生成2,6-二溴-4-三氟甲氧基苯胺,溴负离子与氢结合生成溴化氢气体溢出,经碱吸收后排放,因此溴素的理论利用率只有50%。而将溴素与氯气反应生成高活性的氯化溴,将0价的溴完全转化为+1价的溴,使溴原子完全参与亲电取代反应,从而提高溴素的利用率,降低溴素的单耗,达到降低成本的目的。

[0009] 一种2,6-二溴-4-三氟甲氧基苯胺的制备方法,所述方法包括以下步骤:

[0010] 对三氟甲氧基苯胺与氯化溴溶于有机溶剂中,在缚酸剂的存在下,0~80℃温度条件下反应12~16h制得2,6-二溴-4-三氟甲氧基苯胺,所述三氟甲氧基苯胺、氯化溴与缚酸剂的摩尔比为1:2:1。

[0011] 进一步地,所述三氟甲氧基苯胺与氯化溴的反应路线如下:



[0013] 优选地,所述三氟甲氧基苯胺与氯化溴溶于有机溶剂中,在缚酸剂的存在下,0~80℃温度条件下反应12~16h。

[0014] 优选地,所述三氟甲氧基苯胺与氯化溴溶于有机溶剂中,在缚酸剂的存在下,30~40℃温度条件下反应。

[0015] 优选地,所述缚酸剂为三乙胺,吡啶,4-二甲氨基吡啶或N,N-二甲基甲酰胺。

[0016] 优选地,所述有机溶剂为卤代烷烃,二氯甲烷、三氯甲烷、1,2-二氯乙烷、1,1-二氯乙烷、二溴乙烷中的至少一种。

[0017] 优选地,所述氯化溴是按照如下步骤制备:在-15℃~10℃温度条件下,向溶有溴素的有机溶剂中持续通入氯气,所述氯气与溴素的摩尔比为1~1.2,制得氯化溴。

[0018] 优选地,所述氯化溴是按照如下步骤制备:在-10℃~0℃温度条件下,向溶有溴素的有机溶剂中持续通入氯气,所述氯气与溴素的摩尔比为1,制得氯化溴。

[0019] 本发明的有益效果为:本发明提供一种2,6-二溴-4-三氟甲氧基苯胺的制备方法,该方法以氯气与溴素在有机溶剂中制备氯化溴;以对三氟甲氧基苯胺为原料,与氯化溴的有机溶剂中在缚酸剂存在下反应制备2,6-二溴-4-三氟甲氧基苯胺的方法,原料易得,且价格便宜,有效的降低了溴素的单耗,降低了生产成本,减少了废水,对实现该化合物的规模化生产具有重要意义。

## 具体实施方式

[0020] 下述非限制性实施例可以使本领域的普通技术人员更全面地理解本发明,但不以任何方式限制本发明。

[0021] 下述实施例中所述试验方法,如无特殊说明,均为常规方法;所述试剂和材料,如无特殊说明,均可从商业途径获得。

[0022] 实施例1

[0023] 向250ml四口瓶中加入208g的三氯甲烷,43.3g溴素,降温至-5℃,通入17.5g氯气,将所得氯化溴的三氯甲烷溶液于35℃下滴加入装有44.6g对三氟甲氧基苯胺和25.4g三乙胺的反应釜中,保温搅拌12小时后,经过过滤、蒸馏脱溶剂,得2,6-二溴-4-三氟甲氧基苯胺76g。(收率90%)

[0024] 实施例2

[0025] 向250ml四口瓶中加入210g的1,2-二氯乙烷,43.3g溴素,降温至-5℃,通入17.5g氯气,将所得氯化溴的1,2-二氯乙烷溶液于35℃下滴加入装有44.6g对三氟甲氧基苯胺和25.4g三乙胺的反应釜中,保温搅拌12小时后,经过过滤、蒸馏脱溶剂,得2,6-二溴-4-三氟甲氧基苯胺74g。(收率87.6%)

[0026] 实施例3

[0027] 向500ml四口瓶中加入356g的三氯甲烷,74g溴素,降温至-8℃,通入30g氯气,将所

得氯化溴的三氯甲烷溶液于40℃下滴加入装有76.3g对三氟甲氧基苯胺和34g吡啶的反应釜中,保温搅拌16小时后,经过过滤、蒸馏脱溶剂,得2,6-二溴-4-三氟甲氧基苯胺125g。(收率86.5%)

[0028] 最后有必要在此指出的是:以上实施例只用于对本发明的技术方案作进一步说明,不能理解为对本发明保护范围的限制,本领域的技术人员根据本发明的上述内容作出的一些非本质的改进和调整均属于本发明的保护范围。