



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 113999139 A

(43) 申请公布日 2022.02.01

(21) 申请号 202111463431.8

(22) 申请日 2021.12.03

(71) 申请人 杭州臻峰科技有限公司

地址 311600 浙江省杭州市建德市梅城镇
何家岗路58号1-402

(72) 发明人 张更真 张国庆 汪军挥

(74) 专利代理机构 北京盛凡佳华专利代理事务
所(普通合伙) 11947

代理人 王艳

(51) Int. Cl.

C07C 253/30 (2006.01)

C07C 255/35 (2006.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

制备2,6-二氯- α -(4-氯代苯基)-4-硝基
苯乙腈的方法

(57) 摘要

本发明涉及一种制备2,6-二氯- α -(4-氯代
苯基)-4-硝基苯乙腈的方法,包括以下具体步
骤:1) 在高浓度的碱溶液中投入1,2,3-三氯-5-
硝基苯和TEBA,温度控制至85-90℃,并滴加对氯
苯乙腈,滴加时间控制在2小时;2) 回流1-2小时,
降温至70度加入水分散,降温至20度滴加浓盐酸
调节PH至1;3) 使用二氯甲烷萃取,分层,浓缩二
氯甲烷层即得产品。本发明优点:革除有机溶剂
四氢呋喃的使用,生产异味小,成本降低,后期加
入少量水就可以分散,减少废水量,环保性能好。
本发明反应条件温和,后处理简单,流程短,适合
工业化生产。

1. 制备2,6-二氯- α -(4-氯代苯基)-4-硝基苯乙腈的方法,其特征在于:包括以下具体步骤:

1) 在高浓度的碱溶液中投入1,2,3-三氯-5-硝基苯和TEBA,温度控制至85-90℃,并滴加对氯苯乙腈,滴加时间控制在2小时;

2) 回流1-2小时,降温至70度加入水分散,降温至20度滴加浓盐酸调节PH至1;

3) 使用二氯甲烷萃取,分层,浓缩二氯甲烷层即得产品。

2. 根据权利要求1所述的制备2,6-二氯- α -(4-氯代苯基)-4-硝基苯乙腈的方法,其特征在于:所述碱溶液为氢氧化钠溶液或氢氧化钾溶液,且质量百分比浓度为40-90%。

3. 根据权利要求1所述的制备2,6-二氯- α -(4-氯代苯基)-4-硝基苯乙腈的方法,其特征在于:所述1,2,3-三氯-5-硝基苯:碱:TEBA:对氯苯乙腈的摩尔比为1:6.8-7.3:0.095-0.15:1.05-1.15。

4. 根据权利要求1所述的制备2,6-二氯- α -(4-氯代苯基)-4-硝基苯乙腈的方法,其特征在于:所述步骤2)中,加入水进行分散,其水量为1,2,3-三氯-5-硝基苯量的2.5-3倍。

5. 根据权利要求1所述的制备2,6-二氯- α -(4-氯代苯基)-4-硝基苯乙腈的方法,其特征在于:所述步骤3)中,加入二氯甲烷萃取的量为1,2,3-三氯-5-硝基苯量的2倍。

制备2,6-二氯- α -(4-氯代苯基)-4-硝基苯乙腈的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及2,6-二氯- α -(4-氯代苯基)-4-硝基苯乙腈的生产技术领域,具体是指一种制备2,6-二氯- α -(4-氯代苯基)-4-硝基苯乙腈的方法。

背景技术

[0002] 2,6-二氯- α -(4-氯代苯基)-4-硝基苯乙腈是合成三嗪苯乙腈类化合物重要中间体,其用途非常广泛,市场需求量大。其中关键一步中间体反应是1,2,3-三氯-5-硝基苯和对氯苯乙腈在高浓度液碱中相转移催化下进行缩合反应获得产品。在反应过程中需要通过引入有机溶剂溶解1,2,3-三氯-5-硝基苯,和高浓度碱液形成两相液面,在相转移催化下进行缩合。目前原材料大幅上涨的背景下,如何寻求一种反应温和,成本降低的生产工艺是这个产品能否持续发展的重要指标。

[0003] 传统工艺通常以1,2,3-三氯-5-硝基苯、四氢呋喃及对氯苯乙腈为原料,在强碱和相转移催化剂条件下通过缩合反应而得到。目前很多企业大生产仍然在使用这条工艺路线。这条传统工艺路线废水量大,成本高。随着原材料涨价,特别是四氢呋喃,目前的价格是三年前的5倍。而且四氢呋喃具有难以回收,易溶水和有机溶剂。有异味,沸点低,回收损耗大等特点。种种不利因素造成成本增加。

[0004] 目前有国内提出可以用丁酮代替四氢呋喃,丁酮的价格虽然便宜,但是丁酮作为易制毒溶剂,受国家管制,反应条件苛刻,甚至对于员工操作时候的健康都有不可逆转的隐藏危害。

发明内容

[0005] 本发明提供一种制备2,6-二氯- α -(4-氯代苯基)-4-硝基苯乙腈的方法,其革除具有异味的有机溶剂四氢呋喃,降低原料成本,反应过程条件温和,无异味,环保性好。

[0006] 为解决上述技术问题,本发明提供的技术方案为:

[0007] 一种制备2,6-二氯- α -(4-氯代苯基)-4-硝基苯乙腈的方法,包括以下具体步骤:

[0008] 1) 在高浓度的碱溶液中投入1,2,3-三氯-5-硝基苯和TEBA,温度控制至85-90℃,并滴加对氯苯乙腈,滴加时间控制在2小时;

[0009] 2) 回流1-2小时,降温至70度加入水分散,降温至20度滴加浓盐酸调节PH至1;

[0010] 3) 使用二氯甲烷萃取,分层,浓缩二氯甲烷层即得产品。

[0011] 作为改进,所述碱溶液为氢氧化钠溶液或氢氧化钾溶液,且质量百分比浓度为40-90%。

[0012] 作为改进,所述1,2,3-三氯-5-硝基苯:碱:TEBA:对氯苯乙腈的摩尔比为1:6.8-7.3:0.095-0.15:1.05-1.15。

[0013] 作为改进,所述步骤2)中,加入水进行分散,其水量为1,2,3-三氯-5-硝基苯量的2.5-3倍。

[0014] 作为改进,所述步骤3)中,加入二氯甲烷萃取的量为1,2,3-三氯-5-硝基苯量的2

倍。

[0015] 采用以上方法后,本发明具有如下优点:

[0016] 本发明使用高浓度液碱,主原料1,2,3-三氯-5-硝基苯在85-90度时已经是液体,这样就会产生两相,而相转移催化剂的存在,控制滴加对氯苯乙腈的量和滴加时间,反应更加温和,反应时间更短。本发明革除有机溶剂四氢呋喃的使用,生产异味小,成本降低,后期加入少量水就可以分散,减少废水量,环保性能好。本发明反应条件温和,后处理简单,流程短,适合工业化生产。

具体实施方式

[0017] 实施例1

[0018] 一种制备2,6-二氯- α -(4-氯代苯基)-4-硝基苯乙腈的方法,具体步骤包括:

[0019] 1) 取500毫升三口瓶,加入110克50%氢氧化钠溶液,降温至室温;

[0020] 2) 加入24克1,2,3-三氯-5-硝基苯、四氢呋喃60克和TEBA2.4克,滴加对氯苯乙腈18克;

[0021] 3) 滴毕,在45-50℃的环境下保温5小时,加入水120克并滴加浓盐酸(质量浓度为35%)170克,调PH为1;

[0022] 4) 加入氯仿40克萃取,分层,氯仿层浓缩得红棕色固体32.9g,重量收率1.371,HPLC检测98.77%。

[0023] 实施例2

[0024] 一种制备2,6-二氯- α -(4-氯代苯基)-4-硝基苯乙腈的方法,具体步骤包括:

[0025] 1) 500毫升的三口瓶中加入60克50%氢氧化钠溶液,加入24克1,2,3-三氯-5-硝基苯和TEBA2.4克;

[0026] 2) 升温至85-90度滴加对氯苯乙腈18克,滴加时间为2小时,滴毕回流2小时,降温至70度,加入水60克,降温至20度滴加浓盐酸(质量浓度为35%)90克,调PH为1;

[0027] 3) 加入二氯甲烷48克萃取,分层,二氯甲烷层浓缩得红棕色固体33.03g,重量收率1.376,HPLC检测99.33%。

[0028] 实施例3

[0029] 一种制备2,6-二氯- α -(4-氯代苯基)-4-硝基苯乙腈的方法,具体步骤包括:

[0030] 1) 容量500毫升的三口瓶中加入80克50%氢氧化钾溶液,加入24克1,2,3-三氯-5-硝基苯和TEBA2.4克;

[0031] 2) 升温至85-90度滴加对氯苯乙腈18克,滴加时间为2小时,滴毕回流2小时,降温至70度,加入水60克,降温至20度滴加浓盐酸(质量浓度为35%)90克,调PH为1;

[0032] 3) 加入二氯甲烷48克萃取,分层,二氯甲烷层浓缩得红棕色固体33.07g,重量收率1.378,HPLC检测99.29%。

[0033] 综上可以得出结论,提高反应温度,85-90度条件下1,2,3-三氯-5-硝基苯为液体,和高浓度碱液形成两相,在加入相转移催化剂的情况下,可以直接进行两相反应,无需引入有机溶剂,在这种条件下,碱量也可以减少使用,减轻后期后期污水处理负担。环保性好,易于工业化生产。

[0034] 以上实例仅是本发明的较优实施例而已,并非是对本发明作其它形式的限制,任

何熟悉本专业的技术人员可能利用上述揭示的技术内容加以变更或改型为等同变化的等效实施例。但是凡是未脱离本发明技术方案内容,依据本发明的技术实质对以上实施例所做的任何简单修改,仍属于本发明技术方案的保护范围。