



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104610178 A

(43) 申请公布日 2015. 05. 13

(21) 申请号 201510016253. 2

(22) 申请日 2015. 01. 13

(71) 申请人 华南理工大学

地址 510640 广东省广州市天河区五山路  
381 号

(72) 发明人 杨伟 钟文楷 张斌 黄飞 曹镛

(74) 专利代理机构 广州粤高专利商标代理有限  
公司 44102

代理人 何淑珍

(51) Int. Cl.

*C07D 249/18*(2006. 01)

*C07D 285/14*(2006. 01)

*C07D 241/42*(2006. 01)

*C07D 241/46*(2006. 01)

*C07D 293/10*(2006. 01)

权利要求书5页 说明书11页

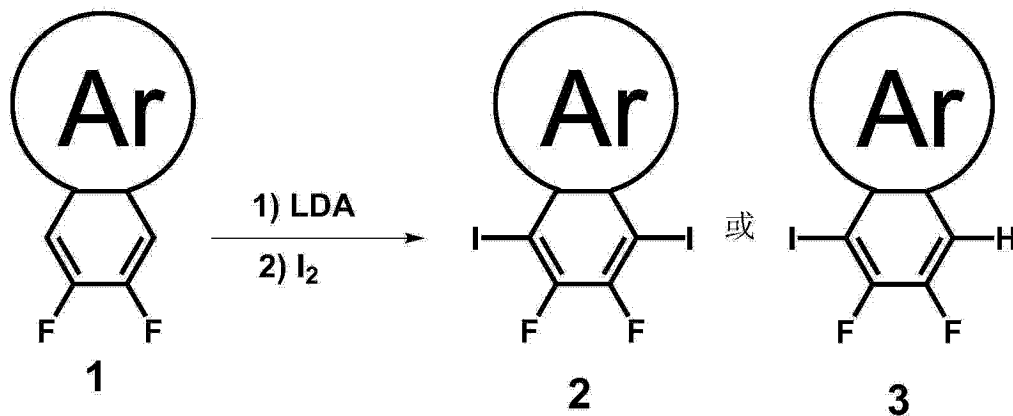
(54) 发明名称

一种碘原子取代双氟苯并杂环共轭单体的制备方法

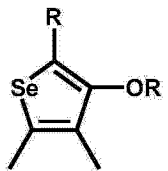
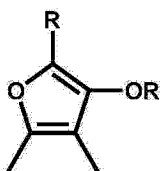
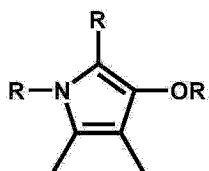
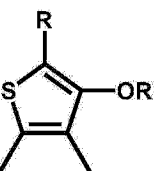
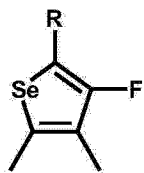
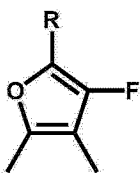
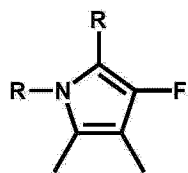
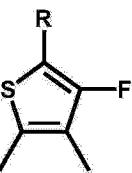
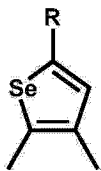
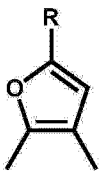
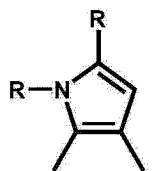
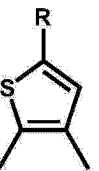
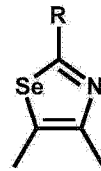
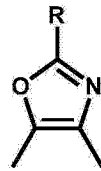
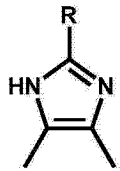
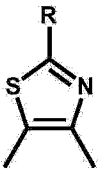
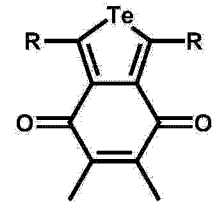
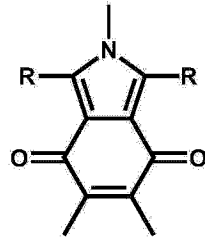
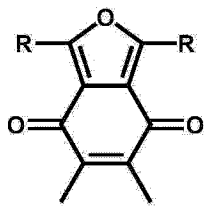
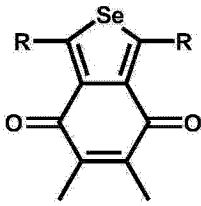
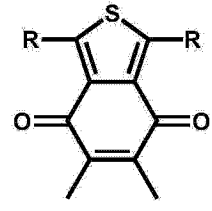
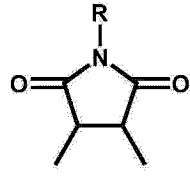
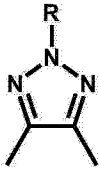
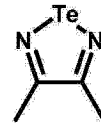
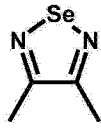
(57) 摘要

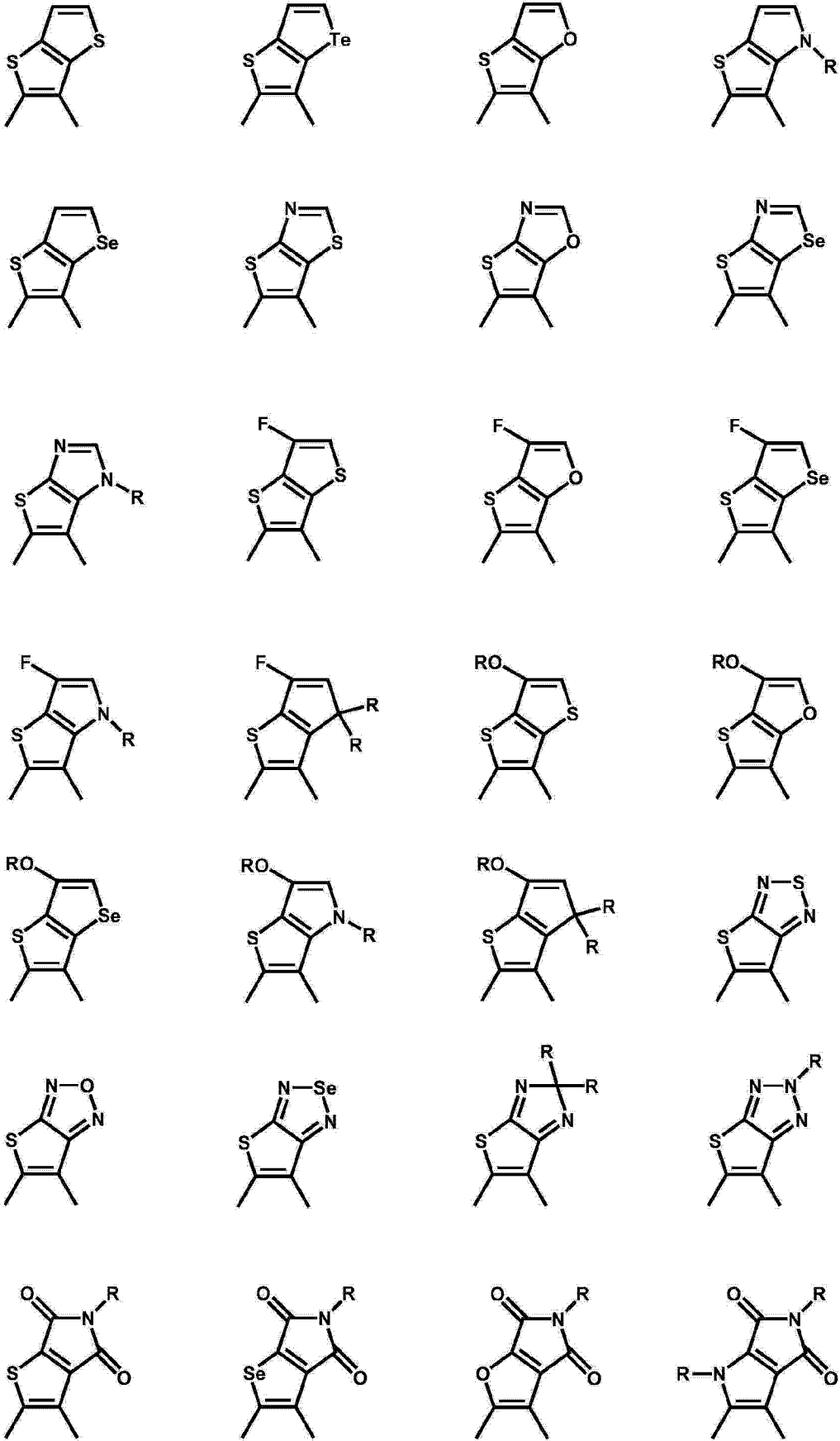
本发明涉及一种碘原子取代的双氟苯并杂环共轭单体的制备方法。该制备方法是具有双氟苯并杂环共轭结构的化合物首先与二异丙基氨基锂发生反应,随后在反应体系中加入碘单质,最终在双氟苯并杂环共轭单元的苯环上引入碘原子。该方法避免使用发烟硫酸等危险试剂,提高了合成效率与实验操作的安全性,收率大大高于传统的碘化方法,便于规模化制备生产。

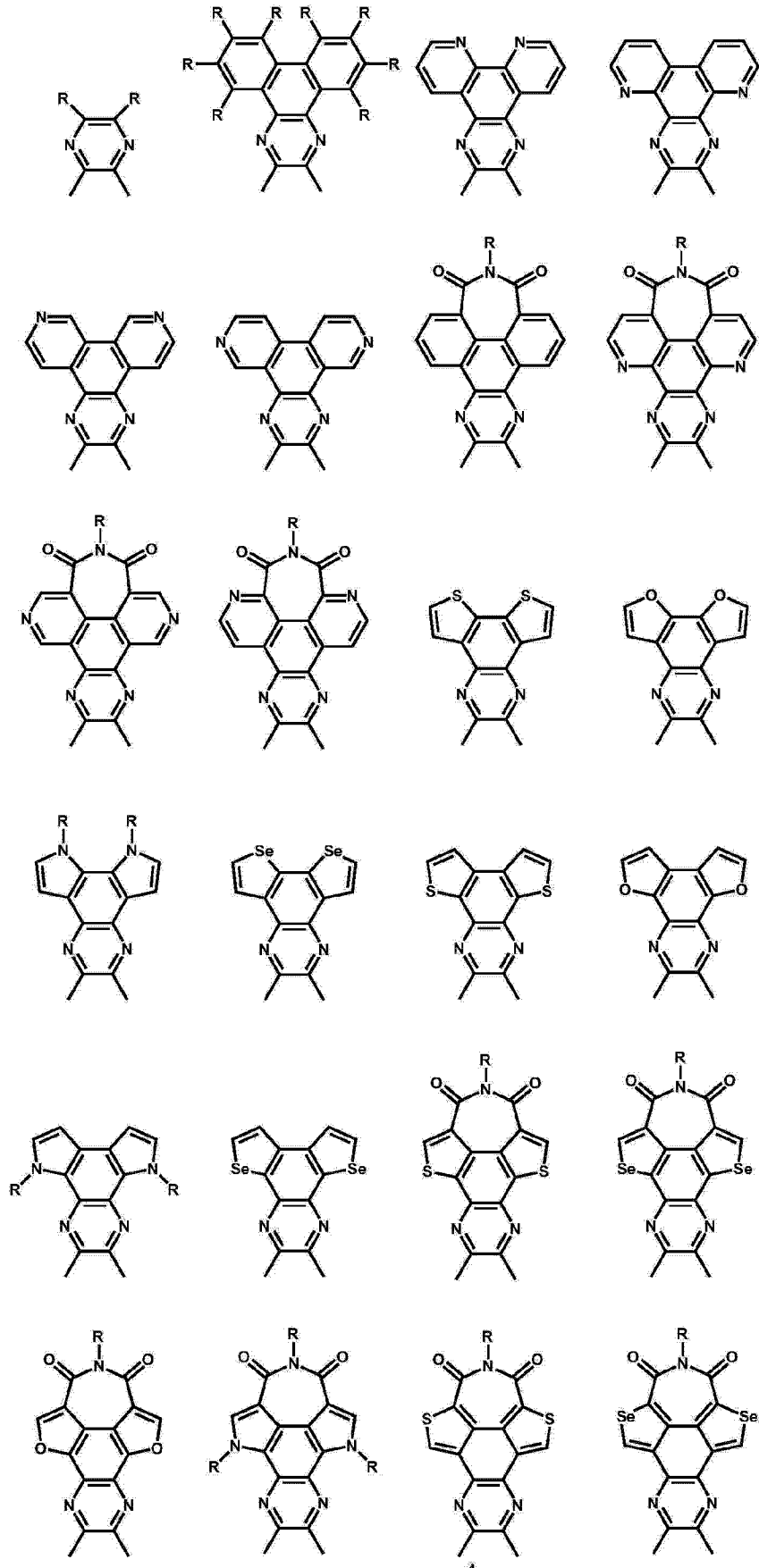
1. 一种碘原子取代的双氟苯并杂环共轭单体的制备方法,其特征在于包括以下步骤:二异丙基氨基锂(LDA)先与双氟苯并杂环单元(1)苯环上的氢原子反应,随后在反应体系中加入单质碘,从而在双氟苯并杂环共轭单元苯环上引入碘原子,即产物(2或3);反应式为

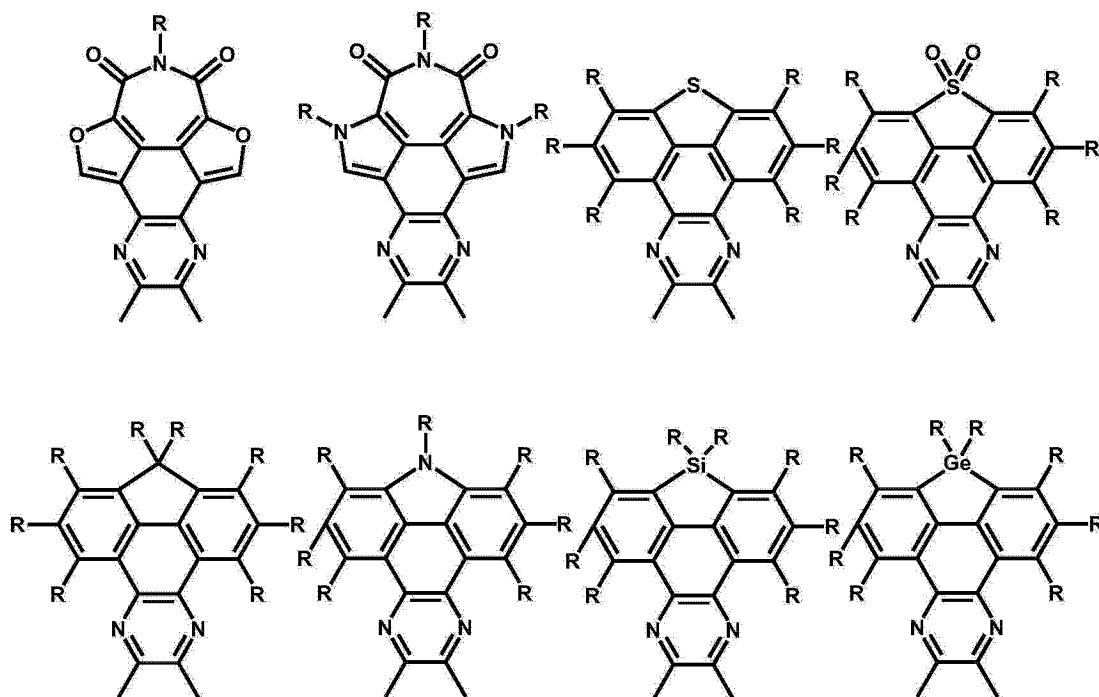


其中, Ar 基团为芳香性的共轭结构,具有以下结构式之一:









R 为氢、1-30 个碳原子数的烷基或其中一个或多个碳原子被氧原子、烯基、炔基、芳基、羟基、氨基、羰基、羧基、硝基、苯基、噻吩基取代，或氢原子被卤素原子取代。

2. 根据权利要求 1 所述的碘原子取代的双氟苯并杂环共轭单体的制备方法，其特征在于具体包括：

在无水、无氧的惰性气体氛围下，二异丙胺溶解于无水有机溶剂中，温度降低至  $-78^{\circ}\text{C}$ ，将正丁基锂缓慢滴加入其中，搅拌反应生成二异丙基氨基锂 (LDA)；反应物双氟苯并杂环共轭单元溶解于无水有机溶剂中，滴加入 LDA 中，反应物双氟苯并杂环共轭单元与 LDA 的当量比由目标产物决定；搅拌反应后，将溶解于无水有机溶剂的单质碘，一次性滴加入，单质碘的当量比由目标产物决定；单质碘溶液滴加完毕后，自然升至室温，搅拌反应过夜；目标产物为二碘取代的双氟苯并杂环共轭单体，则双氟苯并杂环化合物：二异丙基氨基锂：碘单质的当量配比应为 1:2:2.3；若目标产物为单碘取代的双氟苯并杂环共轭单体，则双氟苯并杂环化合物：二异丙基氨基锂：碘单质的当量配比应为 1:1:1.15。

3. 根据权利要求 2 所述的碘原子取代的双氟苯并杂环共轭单体的制备方法，其特征在于所述有机溶剂为四氢呋喃，乙醚，正己烷，二氯甲烷，氯仿，甲苯中的一种。

## 一种碘原子取代双氟苯并杂环共轭单体的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于精细有机化学技术领域,具体为一种碘原子取代双氟苯并杂环共轭单体的制备方法。

### 背景技术

[0002] 随着时代的发展,人类对能源的需求越来越大,但石油、煤炭等传统资源最终会枯竭,这就让人们对新能源的开发与利用越发感到迫切。而太阳能由于其普遍、无害、长久的优点一直成为众多科学家研究利用的对象,其中以光电转化方式利用太阳能的太阳电池成为研究重点之一。硅基太阳电池是发展最长久也是最为成熟的技术,目前已商业化,单晶硅电池的实验室效率已经达到 25.0%。但是硅基太阳电池的高昂成本、高耗能、生产污染大等致命缺点导致了其长期以来不能实现广泛的应用。于是,具有低成本、大面积、柔性、轻薄、可溶液加工等优点 [Materials Today, 17(2014)11-15; The Journal of Physical Chemistry Letters, 2(2011)3102-3113] 的聚合物太阳电池成为科学家们新的重点研究对象。20 多年来,研究人员通过合成大量有机给体与受体材料以及对电池器件的不断优化,目前单层聚合物有机太阳电池的实验室效率已经达到 10.36% [Nature Communications, 5(2014)5293], 有着广阔与光明的应用前景。

[0003] 在众多光电材料中,含有苯并噻二唑,苯并三唑单元的光电材料在有机电致发光、有机太阳电池以及有机场效应晶体管等材料中已经得到广泛的应用。与苯并噻二唑和苯并三唑相比,若将其苯环上 5 位和 6 位碳原子上的氢取代为氟原子主要有以下 3 个优点:(1) 同时降低聚合物的最高占有分子轨道能级 (HOMO) 与最低未占有分子轨道能级 (LUMO), 而对光学带隙的稍微会有一点增大;(2) 氟代的聚合物的电离能得到降低,在与富勒烯衍生物 PCBM 共混过程中的电荷转移效率得到提高;(3) 氟代聚合物无论在溶液还是薄膜中都具有平整的主链构象,使其在薄膜下的堆积更加规整,其吸收系数得到提高,特别在吸收光谱的长波长区域 [Journal of American Chemistry Society, 2012, 134, 14932-14944]。

[0004] 长期以来,在双氟苯并噻二唑或苯并三唑上引入碘原子,通常需要使用发烟硫酸与碘单质在 60℃ 下反应生成 [Angew. Chem. Int. Ed. 2011, 50, 2995 - 2998]。发烟硫酸属于易制毒的管制试剂,在使用过程中,若暴露在空气中,挥发出来的三氧化硫 (SO<sub>3</sub>) 与空气中的水蒸气形成硫酸液滴,对实验操作人员造成安全隐患。本发明的制备方法则先使用二异丙基氨基锂 (LDA) 与双氟苯并杂环单元的苯环上氢原子发生反应,随后在反应体系中加入单质碘,从而在双氟苯并杂环的苯环上引入碘原子。与传统方法相比,该方法具有反应过程无需使用发烟硫酸等易制毒危险试剂,实验操作安全可靠,且大大提高了合成收率等优点,可用于碘化单体的规模化制备。

### 发明内容

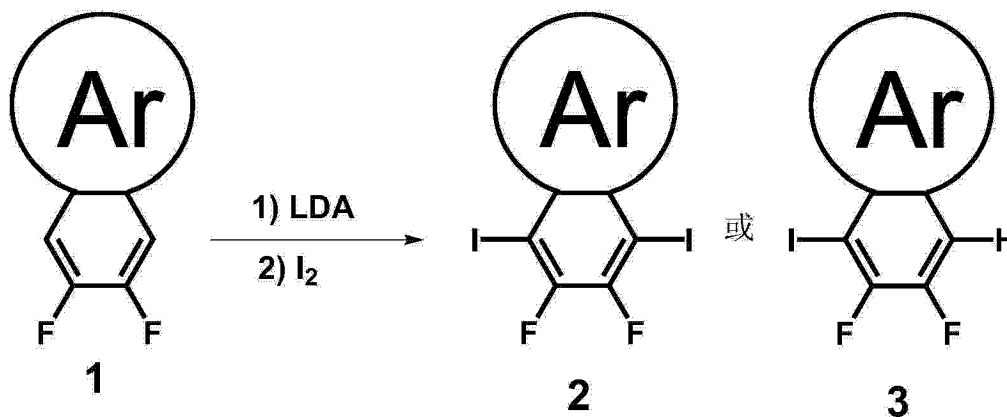
[0005] 本发明的目的在于克服现有技术存在的不足,提供一种操作安全可靠的碘原子取代双氟苯并杂环共轭单体的合成方法。这种碘原子取代双氟苯并杂环共轭单体可以通过金

属催化偶联反应与其它共轭的芳环基团进行偶联（或聚合），形成给-受体结构或给体-受体-给体结构的小分子或聚合物。

[0006] 本发明的目的通过如下技术方案实现。

[0007] 一种碘原子取代的双氟苯并杂环共轭单体的制备方法，其包括以下步骤：二异丙基氨基锂（LDA）先与双氟苯并杂环单元（1）苯环上的氢原子反应，随后在反应体系中加入单质碘，从而在双氟苯并杂环共轭单元苯环上引入碘原子，即产物（2 或 3）；反应式为

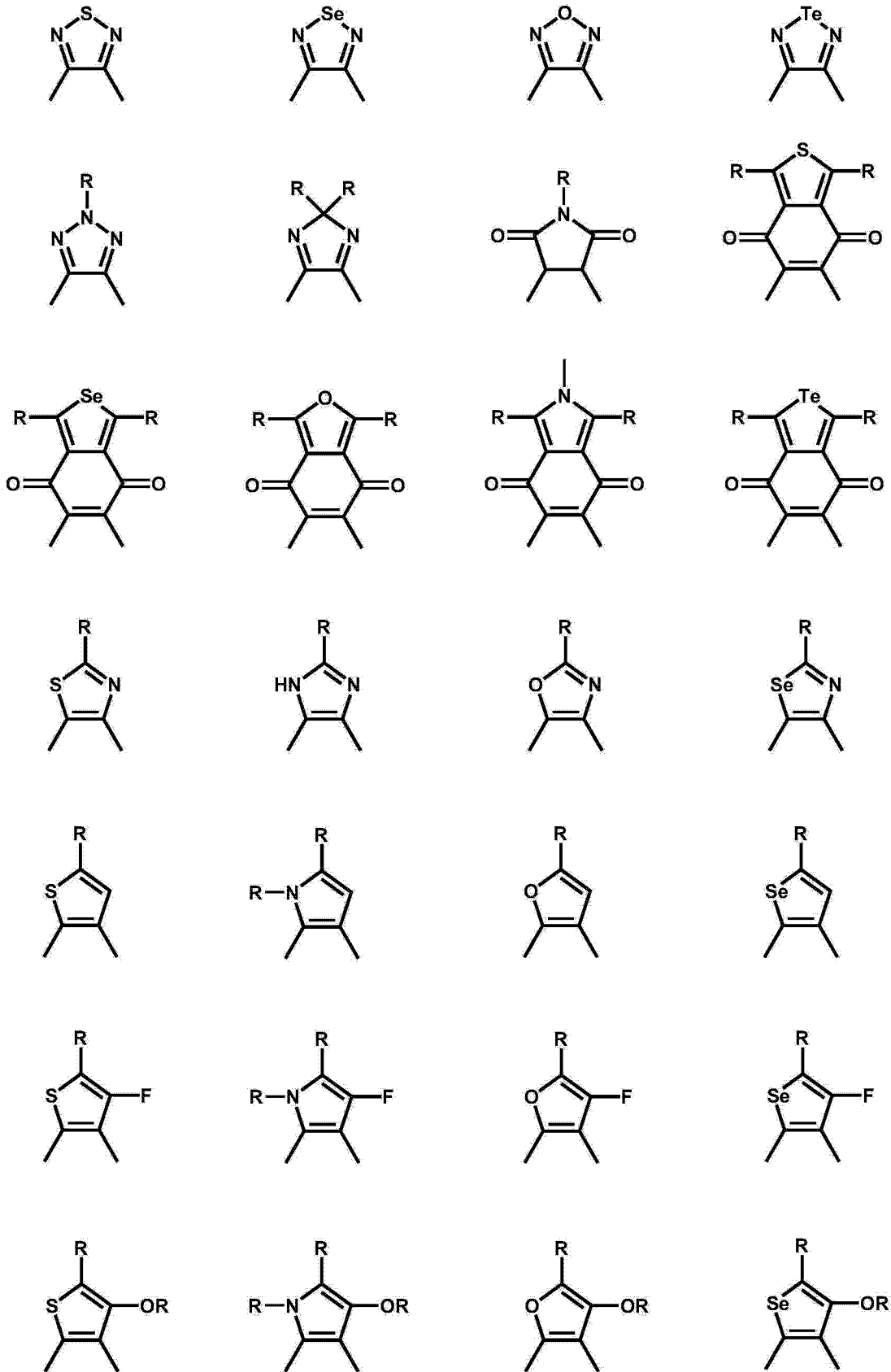
[0008]



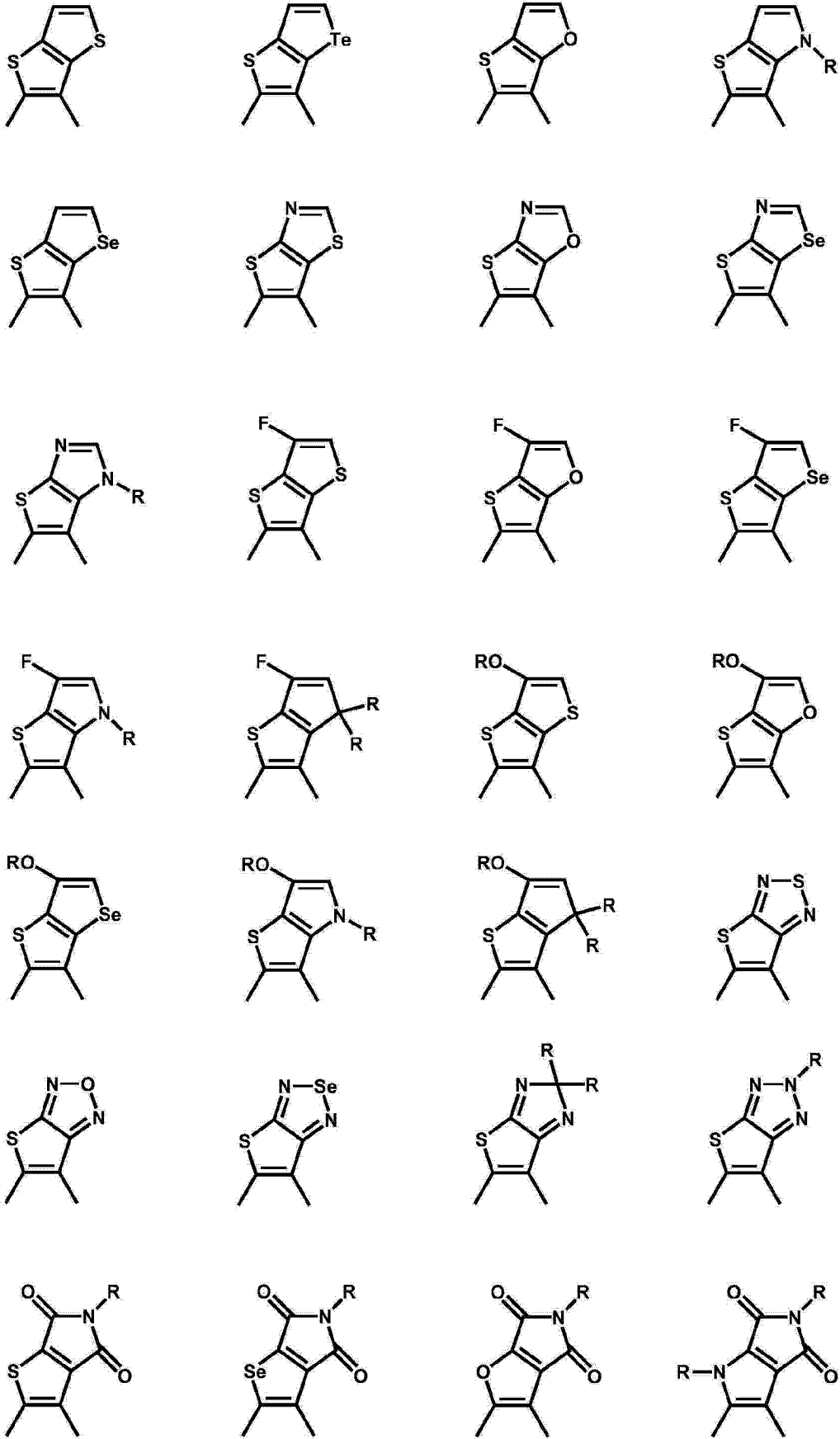
[0009] 其中，Ar 基团为芳香性的共轭结构，具有以下结构式：

[0010]

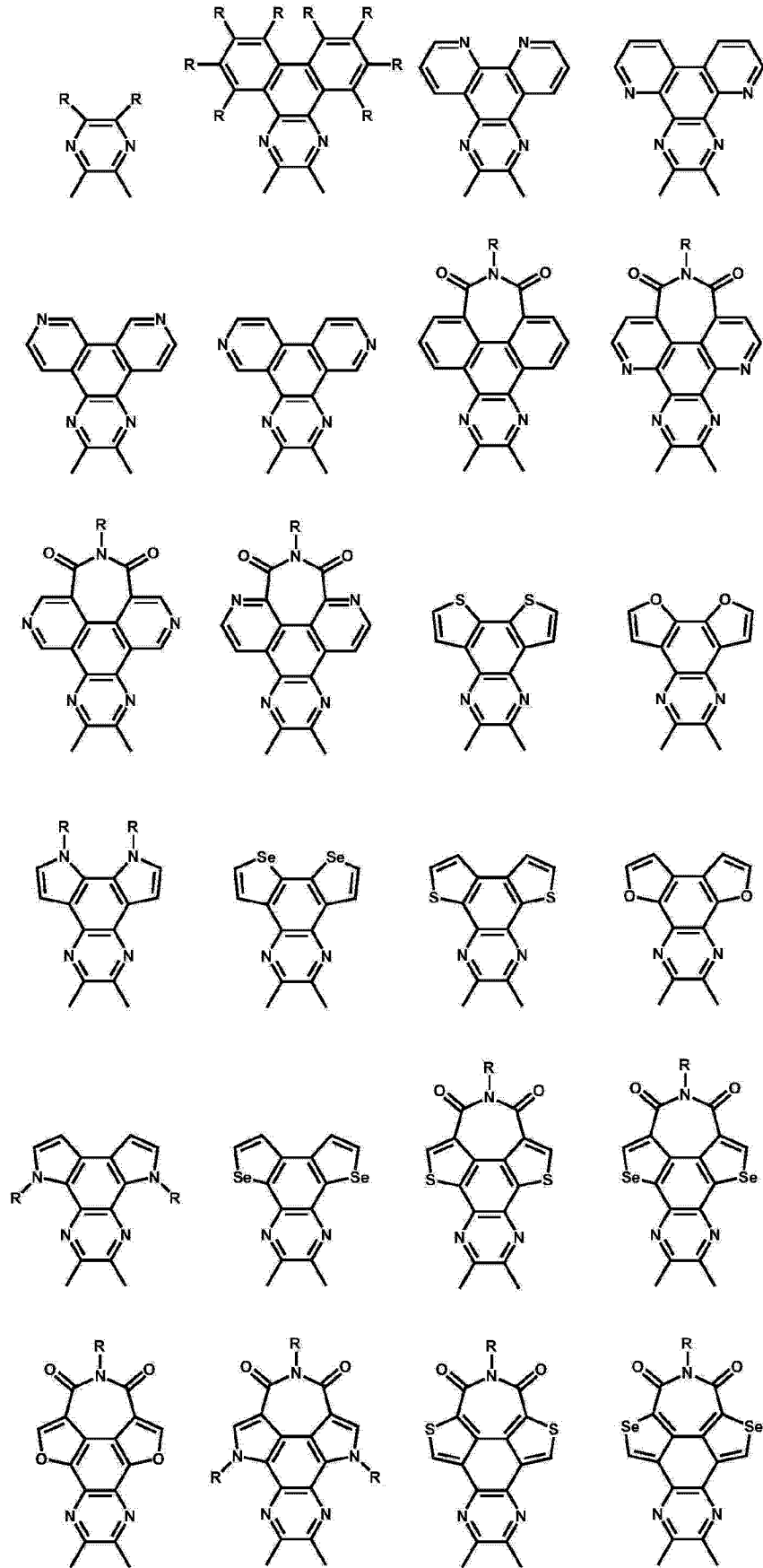




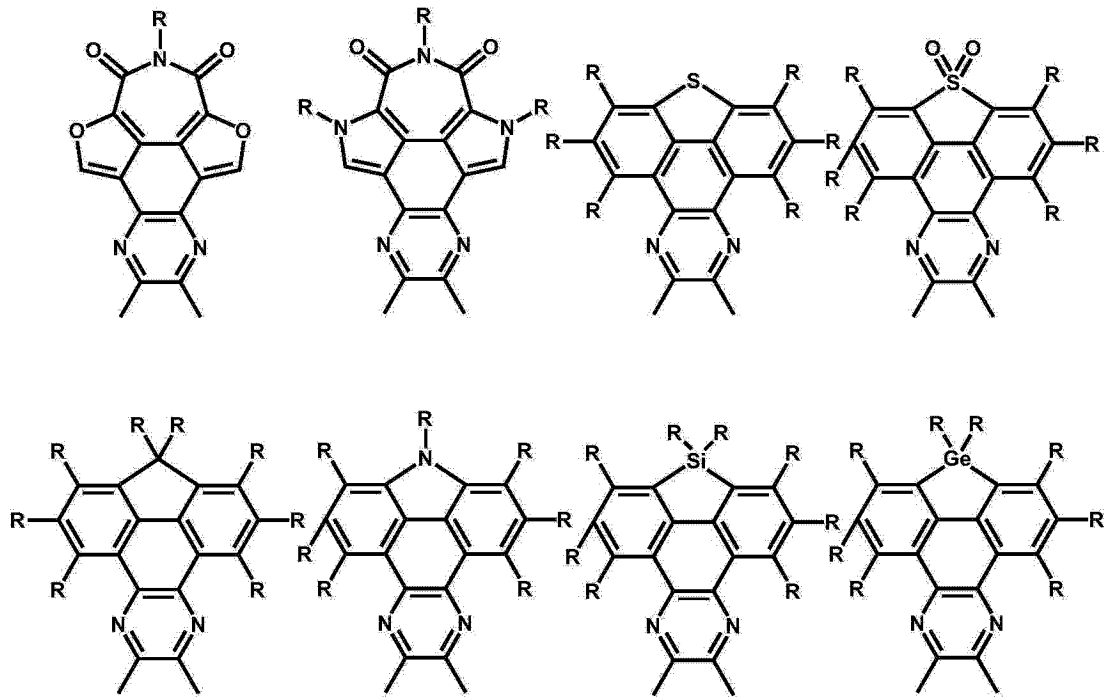
[0011]



[0012]



[0013]



[0014] R为氢、1-30个碳原子数的烷基或其中一个或多个碳原子被氧原子、烯基、炔基、芳基、羟基、氨基、羰基、羧基、硝基、苯基、噻吩基取代,或氢原子被卤素原子取代。

[0015] 进一步具体实施地,所述碘原子取代的双氟苯并杂环共轭单体的制备方法包括:

[0016] 在无水、无氧的惰性气体氛围下,二异丙胺溶解于无水有机溶剂中,温度降低至 $-78^{\circ}\text{C}$ ,将正丁基锂缓慢滴加入其中,搅拌反应生成二异丙基氨基锂(LDA);反应物双氟苯并杂环共轭单元溶解于无水有机溶剂中,滴加入LDA中,反应物双氟苯并杂环共轭单元与LDA的当量比由目标产物决定;搅拌反应后,将溶解于无水有机溶剂的单质碘,一次性滴加入,单质碘的当量比由目标产物决定;单质碘溶液滴加完毕后,自然升至室温,搅拌反应过夜;目标产物为二碘取代的双氟苯并杂环共轭单体,则双氟苯并杂环化合物:二异丙基氨基锂:碘单质的当量配比应为1:2:2.3;若目标产物为单碘取代的双氟苯并杂环共轭单体,则双氟苯并杂环化合物:二异丙基氨基锂:碘单质的当量配比应为1:1:1.15。

[0017] 所述有机溶剂为四氢呋喃,乙醚,正己烷,二氯甲烷,氯仿,甲苯中的一种。

[0018] 与已有的技术相比,本发明的优点在于:

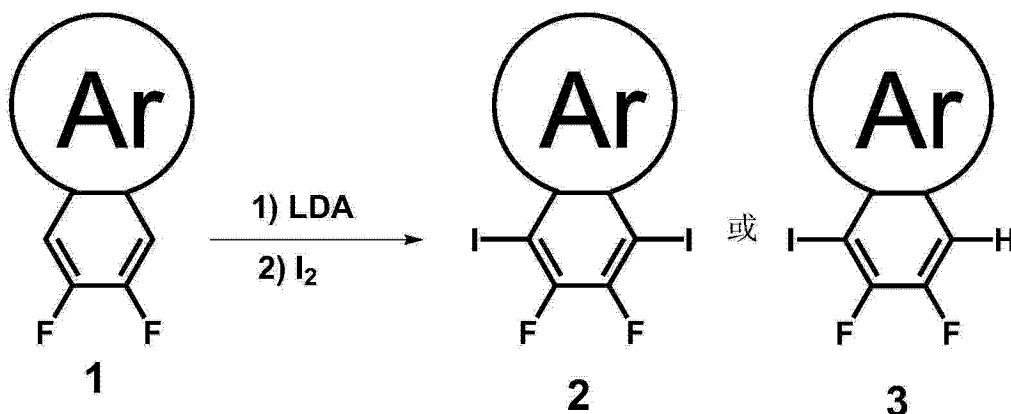
[0019] 反应过程无需使用发烟硫酸等易制毒、危险试剂,实验操作安全可靠,且大大提高了合成收率,有利于规模化制备生产。

### 具体实施方式

[0020] 以下结合实例对本发明的实施作进一步说明,但本发明的实施和保护不限于此,以下若有未特别说明之处,均是本领域技术人员可参照现有技术实现的。

[0021] 以下实例的碘原子取代双氟苯并杂环共轭单体的制备路线如下反应式所示:通过有机合成方法合成的双氟苯并杂环(Ar)化合物1在低温无水条件下与二异丙基氨基锂(LDA)反应,然后在反应体系中加入碘单质,最终在双氟苯并杂环上引入碘原子,即二碘取代单体(2)或单碘取代单体(3)。

[0022]



[0023] (1) 二异丙基氨基锂 (LDA) 的制备: 氮气氛下, 0.1g/mL 二异丙胺 (1.1 当量) 的四氢呋喃溶液降温至  $-78^{\circ}\text{C}$ , 向溶液缓慢滴加 1 当量的正丁基锂 (2.5mol/L 正己烷溶液), 滴加完毕后保持在  $-78^{\circ}\text{C}$  反应 1 小时。

[0024] (2) 碘化反应: 将 1.0 当量的底物 (双氟苯并杂环共轭化合物) 与无水有机溶剂配成 0.1g/L 的溶液, 然后逐渐滴加到 LDA 中, 在  $-78^{\circ}\text{C}$  下反应 1 小时; 将 2.3 当量 (制备二碘取代单体 2) 或 1.15 当量 (制备单碘取代单体 3) 的碘单质与无水有机溶剂配成 0.06g/L 的溶液, 并将其直接滴加反应体系中, 体系自然升至室温, 搅拌过夜。

[0025] (3) 后处理: 将反应液倒入亚硫酸氢钠的水溶液中搅拌, 将碘单质除去, 并用二氯甲烷, 三氯甲烷等对产物溶解性良好的溶剂进行萃取, 取有机层, 并用饱和氯化钠水溶液洗涤, 无水硫酸镁干燥, 过滤, 减压蒸馏将溶剂除去, 得到的粗产物通过重结晶或柱层析提纯。

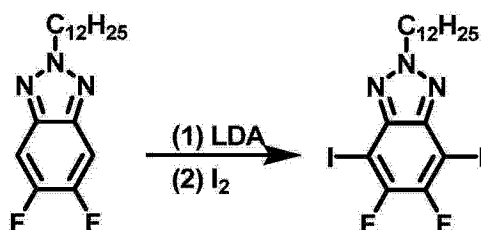
[0026] 下面再通过具体的实例对本发明作进一步说明。

[0027] 实施例 1

[0028] 4,7-二碘-2-十二烷基-5,6-二氟-2H-苯并[d][1,2,3]三唑的制备

[0029] 合成路线如下:

[0030]



[0031] 在 250mL 长颈三口瓶中, 氩气氛下, 加入二异丙胺 (1.73g, 17.03mmol, 2.2 当量) 与 30mL 四氢呋喃, 降温至  $-78^{\circ}\text{C}$ , 滴加正丁基锂 (15.48mmol, 6.2mL, 2.5mol/L, 当量), 完毕, 反应 1 小时, 然后将 2-十二烷基-5,6-二氟-2H-苯并[d][1,2,3]三唑 (2.5g, 7.74mmol, 1 当量) 与 25mL 的四氢呋喃配成溶液, 逐渐向反应液逐渐滴加, 完毕, 反应 40 分钟, 再向其中滴加碘的四氢呋喃溶液 (4.52g, 17.8mmol, 2.3 当量, 75mL 四氢呋喃), 完毕, 搅拌 15 分钟后, 置于室温, 搅拌过夜。后处理: 加入亚硫酸钠搅拌除去碘, 然后倒入水中, 二氯甲烷萃取, 饱和氯化钠水溶液洗, 无水硫酸镁干燥。用石油醚与二氯甲烷混合溶剂过柱, 得到油状液体的产物, 久置为固体, 3.7g (产率: 84%)。核磁共振氢谱: ( $\text{CDCl}_3$ )  $\delta$  (ppm) 4.75 - 4.71 (m, 2H), 2.17 - 2.06 (m, 2H), 1.42 - 1.18 (m, 18H), 0.87 (t, 3H)。核磁共振碳谱: ( $\text{CDCl}_3$ )  $\delta$  (ppm) 152.44, 152.30, 150.76, 150.62, 140.79, 140.77, 140.75, 122.36, 122.29, 121.11,

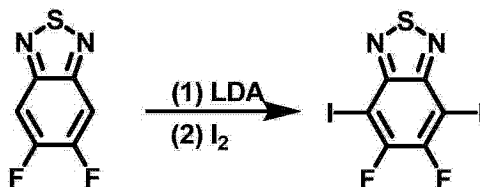
120.90, 57.47, 31.95, 30.17, 29.65, 29.63, 29.52, 29.39, 29.37, 29.00, 26.51, 22.73, 14.1

6. 质谱:计算值:575.01;实测值:576.0.

[0032] 实施例 2

[0033] 4,7-二碘-5,6-二氟苯并[d][1,2,5]噻二唑的制备

[0034]

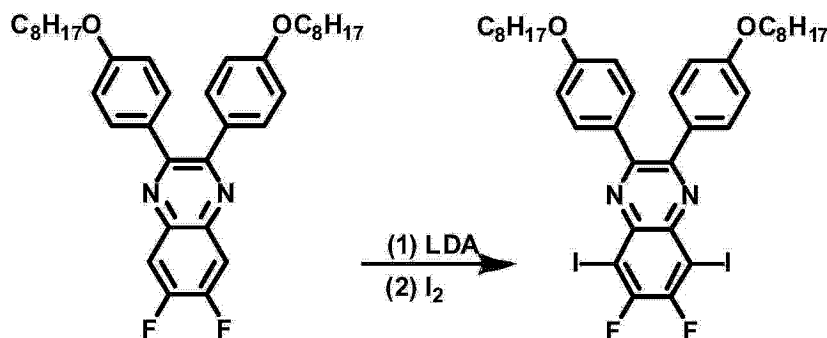


[0035] 在 250mL 长颈三口瓶中,氩气氛下,加入二异丙胺 (3.9g, 15.3mmol, 2.2 当量) 与 30mL 四氢呋喃,降温至  $-78^{\circ}\text{C}$ ,滴加正丁基锂 (34.8mmol, 14.0mL, 2.5mol/L, 2 当量), 完毕, 反应 1 小时,然后将 5,6-二氟苯并[d][1,2,5]噻二唑 (3g, 17.4mmol, 1 当量) 与 30mL 的四氢呋喃配成溶液,逐渐向反应液逐渐滴加, 完毕, 反应 40 分钟,再向其中滴加碘的四氢呋喃溶液 (10.16g, 40.02mmol, 2.3 当量, 170mL 四氢呋喃), 完毕, 搅拌 15 分钟后,置于室温, 搅拌过夜。后处理:加入亚硫酸钠搅拌除去碘, 然后倒入水中, 二氯甲烷萃取, 饱和氯化钠水溶液洗, 无水硫酸镁干燥。减压蒸馏出去溶剂, 得到的固体用乙醇和甲苯的混合溶剂重结晶, 得到淡黄色固体 6.5g (产率:88%)。质谱:计算值:423.78;实测值:424.60。元素分析:计算值:C, 17.00%; N, 6.61%; S, 7.56%; 实测值:C, 16.82%; N, 6.22%; S, 7.13%。

[0036] 实施例 3

[0037] 5,8-二碘-6,7-二氟-2,3-双(4-(辛氧基)苯基)喹啉的制备

[0038]

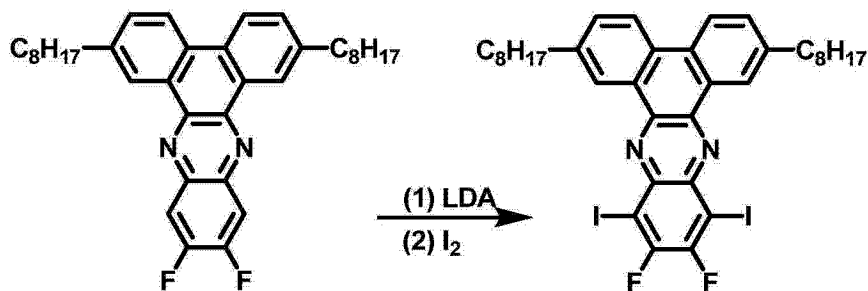


[0039] 在 100mL 长颈三口瓶中,氩气氛下,加入二异丙胺 (0.78g, 7.66mmol, 2.2 当量) 与 10mL 四氢呋喃,降温至  $-78^{\circ}\text{C}$ ,滴加正丁基锂 (6.96mmol, 2.8mL, 2.5mol/L, 2 当量), 完毕, 反应 1 小时,然后将 6,7-二氟-2,3-双(4-(辛氧基)苯基)喹啉 (2.0g, 3.48mmol, 1 当量) 与 20mL 的四氢呋喃配成溶液,逐渐向反应液逐渐滴加, 完毕, 反应 40 分钟,再向其中滴加碘的四氢呋喃溶液 (2.04g, 8.00mmol, 2.3 当量, 35mL 四氢呋喃), 完毕, 搅拌 15 分钟后,置于室温, 搅拌过夜。后处理:加入亚硫酸钠搅拌除去碘, 然后倒入水中, 二氯甲烷萃取, 饱和氯化钠水溶液洗, 无水硫酸镁干燥。用石油醚与二氯甲烷混合溶剂过柱, 得到 2.3g 固体 (产率:80%)。质谱:计算值:826.13;实测值:827.04。元素分析:计算值:C, 52.31%; H, 5.12%; N, 3.39%; 实测值:C, 51.63%; H, 4.98%; N, 3.12%。

[0040] 实施例 4

[0041] 11, 12- 二氟 -10, 13- 二碘 -2, 7- 二辛基二苯并 [a, c] 吩嗪的制备

[0042]

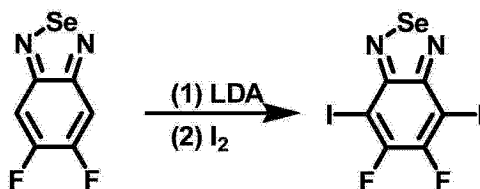


[0043] 在 250mL 长颈三口瓶中, 氩气氛下, 加入二异丙胺 (0.66g, 6.51mmol, 2.2 当量) 与 10mL 四氢呋喃, 降温至  $-78^{\circ}\text{C}$ , 滴加正丁基锂 (5.92mmol, 2.37mL, 2.5mol/L, 2 当量), 完毕, 反应 1 小时, 然后将 11, 12- 二氟 -2, 7- 二辛基二苯并 [a, c] 吩嗪 (1.6g, 2.96mmol, 1 当量) 与 25mL 四氢呋喃配成溶液, 逐渐向反应液逐渐滴加, 完毕, 反应 40 分钟, 再向其中滴加碘的四氢呋喃溶液 (1.73g, 6.81mmol, 2.3 当量, 30mL 四氢呋喃), 搅拌 15 分钟后, 置于室温, 搅拌过夜。后处理: 加入亚硫酸钠搅拌除去碘, 然后倒入水中, 二氯甲烷萃取, 饱和氯化钠水溶液洗, 无水硫酸镁干燥。用石油醚与二氯甲烷混合溶剂过柱, 1.9g (产率: 82%)。质谱: 计算值: 792.12; 实测值: 792.96。元素分析: 计算值: C, 54.56%; H, 5.09%; N, 3.53%; 实测值: C, 52.43%; H, 4.97%; N, 3.37%;

[0044] 实施例 5

[0045] 4, 7- 二碘 -5, 6 二氟苯并 [d][1, 2, 5] 硒二唑的制备

[0046]

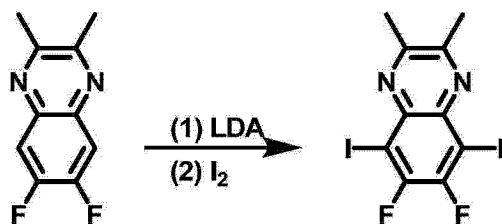


[0047] 在 250mL 长颈三口瓶中, 氩气氛下, 加入二异丙胺 (2.94g, 29.04mmol, 2.2 当量) 与 30mL 四氢呋喃, 降温至  $-78^{\circ}\text{C}$ , 滴加正丁基锂 (26.4mmol, 10.6mL, 2.5mol/L, 2 当量), 完毕, 反应 1 小时, 然后将 5, 6 二氟苯并 [d][1, 2, 5] 硒二唑 (2.9g, 13.2mmol, 1 当量) 与 30mL 的四氢呋喃配成溶液, 逐渐向反应液逐渐滴加, 完毕, 反应 40 分钟, 再向其中滴加碘的四氢呋喃溶液 (7.7g, 30.3mmol, 2.3 当量, 130mL 四氢呋喃), 完毕, 搅拌 15 分钟后, 置于室温, 搅拌过夜。后处理: 加入亚硫酸钠搅拌除去碘, 然后倒入水中, 二氯甲烷萃取, 饱和氯化钠水溶液洗, 无水硫酸镁干燥。减压蒸馏出去溶剂, 得到的固体用乙酸乙酯重结晶, 得到黄色固体 5.1g (产率: 82%)。质谱: 计算值: 471.73; 实测值: 472.62。元素分析: 计算值: C, 15.31%; N, 5.95%; 实测值: C, 15.17%; N, 5.62%。

[0048] 实施例 6

[0049] 5, 8- 二碘 -6, 7- 二氟 -2, 3- 二甲基 - 喹喔啉的制备

[0050]

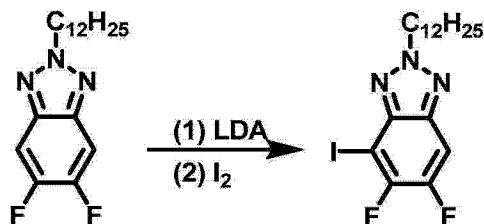


[0051] 在 250mL 长颈三口瓶中, 氩气氛下, 加入二异丙胺 (1.39g, 13.64mmol, 2.2 当量) 与 15mL 四氢呋喃, 降温至  $-78^{\circ}\text{C}$ , 滴加正丁基锂 (12.4mmol, 5mL, 2.5mol/L, 2 当量), 完毕, 反应 1 小时, 然后将 6,7-二氟-2,3-二甲基-咪唑啉 (1.2g, 6.2mmol, 1 当量) 与 15mL 的四氢呋喃配成溶液, 逐渐向反应液逐渐滴加, 完毕, 反应 40 分钟, 再向其中滴加碘的四氢呋喃溶液 (3.6g, 14.3mmol, 2.3 当量, 60mL 四氢呋喃), 完毕, 搅拌 15 分钟后, 置于室温, 搅拌过夜。后处理: 加入亚硫酸钠搅拌除去碘, 然后倒入水中, 二氯甲烷萃取, 饱和氯化钠水溶液洗, 无水硫酸镁干燥。减压蒸馏出去溶剂, 得到的固体用乙醇和甲苯的混合溶剂重结晶, 得到淡黄色固体 2.3g (产率: 76%)。质谱: 计算值: 445.86; 实测值: 446.90。元素分析: 计算值: C, 26.93%; H, 1.36%; N, 6.28%; 实测值: C, 26.77%; H, 1.22%; N, 6.09%。

[0052] 实施例 7

[0053] 4-碘-2-十二烷基-5,6-二氟-2H-苯并[d][1,2,3]三唑的制备

[0054]

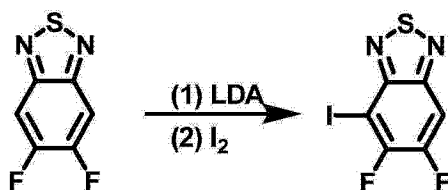


[0055] 在 250mL 长颈三口瓶中, 氩气氛下, 加入二异丙胺 (0.7g, 6.82mmol, 1.1 当量) 与 15mL 四氢呋喃, 降温至  $-78^{\circ}\text{C}$ , 滴加正丁基锂 (6.2mmol, 2.5mL, 2.5mol/L, 1 当量), 完毕, 反应 1 小时, 然后将 2-十二烷基-5,6-二氟-2H-苯并[d][1,2,3]三唑 (2g, 6.2mmol, 1 当量) 与 15mL 的四氢呋喃配成溶液, 逐渐向反应液逐渐滴加, 完毕, 反应 40 分钟, 再向其中滴加碘的四氢呋喃溶液 (1.8g, 7.12mmol, 1.15 当量, 30mL 四氢呋喃), 完毕, 搅拌 15 分钟后, 置于室温, 搅拌过夜。后处理: 加入亚硫酸钠搅拌除去碘, 然后倒入水中, 二氯甲烷萃取, 饱和氯化钠水溶液洗, 无水硫酸镁干燥。用石油醚与二氯甲烷混合溶剂过柱, 得到油状液体的化合物, 2.3g (产率: 83%)。质谱: 计算值: 449.11; 实测值: 449.97。元素分析: 计算值: C, 48.12%; H, 5.83%; N, 9.35%; 实测值: C, 47.97%; H, 5.68%; N, 9.22%。

[0056] 实施例 8

[0057] 4-碘-5,6-二氟苯并[d][1,2,5]噻二唑的制备

[0058]



[0059] 在 100mL 长颈三口瓶中, 氩气氛下, 加入二异丙胺 (0.65g, 6.38mmol, 1.1 当量) 与



10mL 四氢呋喃, 降温至  $-78^{\circ}\text{C}$ , 滴加正丁基锂 (5.8mmol, 2.4mL, 2.5mol/L, 1 当量), 完毕, 反应 1 小时, 然后将 5,6 二氟苯并 [d][1,2,5] 噻二唑 (1g, 5.8mmol, 1 当量) 与 10mL 的四氢呋喃配成溶液, 逐渐向反应液逐渐滴加, 完毕, 反应 40 分钟, 再向其中滴加碘的四氢呋喃溶液 (1.7g, 6.7mmol, 1.15 当量, 30mL 四氢呋喃), 完毕, 搅拌 15 分钟后, 置于室温, 搅拌过夜。后处理: 加入亚硫酸钠搅拌除去碘, 然后倒入水中, 二氯甲烷萃取, 饱和氯化钠水溶液洗, 无水硫酸镁干燥。减压蒸馏出去溶剂, 得到的固体用乙醇和甲苯的混合溶剂重结晶, 得到固体 1.4g (产率: 80%)。质谱: 计算值: 297.89; 实测值: 298.67。元素分析: 计算值: C, 24.18%; H, 0.34%; N, 9.40%; S, 10.76%; 实测值: C, 23.92%; H, 0.26%; N, 9.14%; S, 10.48%。