



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103159645 B

(45) 授权公告日 2016. 01. 20

(21) 申请号 201310097899. 9

(22) 申请日 2013. 03. 26

(73) 专利权人 安徽海顺化工有限公司

地址 238251 安徽省马鞍山市和县乌江镇省
精细化工产业基地星光大道

(72) 发明人 孙火青

(74) 专利代理机构 安徽合肥华信知识产权代理
有限公司 34112

代理人 余成俊

(51) Int. Cl.

C07C 255/35(2006. 01)

C07C 253/30(2006. 01)

审查员 邹雯

权利要求书1页 说明书1页

(54) 发明名称

制备 2-(4-氯苯基)-3-甲基丁酰氯的烷基化
反应方法

(57) 摘要

本发明公开了一种制备 2-4-(氯苯基)-3-甲基丁酰氯的烷基化反应方法,把配好的 1000-1050 重量份 55-60% 氢氧化钠溶液和 650-700 重量份的对氯苯乙腈、0.3-0.5 重量份的十二烷基苯磺酸钠、3-5 重量份的氯化钠,吸入烷基化釜内,在 35 ~ 38℃ 时向釜内滴加 530-550 重量份的 2-溴丙烷反应,生成 2-(4-氯苯基)-3-甲基丁腈,增加了分散剂,提高了反应效率,反应时间节省 50% 以上。

1. 一种制备 2-(4-氯苯基)-3-甲基丁腈的制备方法,其特征在于包括以下步骤:

把配好的 1000-1050 重量份 55-60% 氢氧化钠溶液和 650-700 重量份的对氯苯乙腈、0.3-0.5 重量份的十二烷基苯磺酸钠、3-5 重量份的氯化钠,吸入烷基化釜内,在 35 ~ 38℃ 时向釜内滴加 530-550 重量份的 2-溴丙烷,同时搅拌,保温 2-3 小时,停止搅拌,静置 20-25 分钟分层,上层为中间产品 2-(4-氯苯基)-3-甲基丁腈,以下简称丁腈,下层为副产品溴化钠混合溶液,分去下层水相,上层油相转入水洗釜,加入 600-700 重量份的 5-10% 稀硫酸至水洗釜,搅拌后静置分层,分出下层水相,上层油相送蒸馏釜蒸馏,回收过量的 2-溴丙烷,蒸馏釜釜底剩余物即为丁腈,将丁腈转入丁腈高位槽待用。

制备 2-(4-氯苯基)-3-甲基丁酰氯的烷基化反应方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种化合物制备领域,具体是一种制备 2-(4-氯苯基)-3-甲基丁酰氯的烷基化反应方法改进。

发明内容

[0002] 2-(4-氯苯基)-3-甲基丁酰氯是重要的精细化工中间体,近年来由于其用途不断被开发和利用,许多下游产品的附加值均很高。国内研究起步较晚,目前主要作为农药中间体,用于生产氰戊菊酯、来福灵等拟除虫菊酯杀虫剂(拟,就是人工仿照、化学合成的生物农药)。一直供不应求,市场潜力巨大。

[0003] 现有的 2-(4-氯苯基)-3-甲基丁酰氯生产单元主要包括:烷基化、水解、中和分离、酸化分离、酰化等工序。其中烷基化反应过于复杂,收率不高,急需改进。

发明内容

[0004] 本发明的目的是提供一种制备 2-(4-氯苯基)-3-甲基丁酰氯的烷基化反应方法,反应条件温和,反应效率大大提高,缩短了反应时间。

[0005] 本发明是通过以下技术方案实现的。

[0006] 本发明采用氢氧化钠溶液和对氯苯乙腈、2-溴丙烷、增加了分散剂,提高了反应效率,反应时间节省 50% 以上。

具体实施方式

[0007] 把配好的 1000 公斤 60% 氢氧化钠溶液和 670 公斤的对氯苯乙腈、0.3 公斤的十二烷基苯磺酸钠、4 公斤的氯化钠,吸入烷基化釜内,在 35 ~ 38℃ 时向釜内滴加 530 公斤的 2-溴丙烷,同时搅拌,保温 3 小时,停止搅拌,静置 20-25 分钟分层,上层为中间产品 2-(4-氯苯基)-3-甲基丁腈,以下简称丁腈,下层为副产品溴化钠混合溶液,分去下层水相,上层油相转入水洗釜,加入 650 公斤 5% 稀硫酸至水洗釜,搅拌后静置分层,分出下层水相,上层油相送蒸馏釜蒸馏,回收过量的 2-溴丙烷,蒸馏釜釜底剩余物即为丁腈,丁腈重量为 837 公斤,将丁腈转入丁腈高位槽待用。

[0008] 本发明中增加十二烷基苯磺酸钠、氯化钠作为分散剂,提高了反应效率,反应时间节省 50% 以上。