



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 105906513 A

(43)申请公布日 2016.08.31

(21)申请号 201610263119.7

(22)申请日 2016.04.26

(71)申请人 南通宝凯化工有限公司

地址 226000 江苏省南通市启东经济开发
区精细化工集中区

(72)发明人 闫宗刚 张林林 黄凯华 周佳欢

(51)Int.Cl.

C07C 211/15(2006.01)

C07C 209/08(2006.01)

C07C 209/84(2006.01)

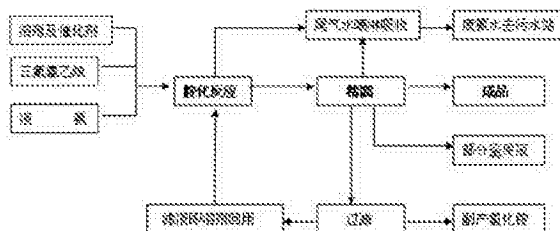
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54)发明名称

一种三氟乙胺的制备方法

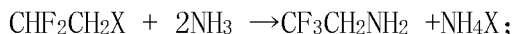
(57)摘要

本发明公开了一种三氟乙胺的制备方法,包括如下步骤:胺化反应:以 $\text{CHF}_2\text{CH}_2\text{X}$ 为原料,在溶剂及催化剂存在下通氨气氨化生成三氟乙胺;精馏:胺化后的产物经过精馏得到成品,釜液经过滤后得到副产氯化铵,滤液作为胺化反应的溶剂回用;催化剂为无机碘化物,溶剂为常用的有机溶剂DMF或NMP。本发明制得的成品纯度 $\geq 99.5\%$,成品收率 $\geq 90\%$ 。



1. 一种三氟乙胺的制备方法,其特征在于:包括如下步骤:

第一步、胺化反应:以 $\text{CHF}_2\text{CH}_2\text{X}$ 为原料,在溶剂及催化剂存在下通氨气氨化生成三氟乙胺,反应方程式如下:



第二步、精馏:胺化后的产物经过精馏得到成品,釜液经过滤后得到副产氯化铵,滤液作为胺化反应的溶剂回用;催化剂为无机碘化物,溶剂为常用的有机溶剂DMF或NMP。

2. 根据权利要求1所述的二氟乙胺的合成工艺,其特征在于:所述第一步、胺化反应中,所述 $\text{CHF}_3\text{CH}_2\text{X}$ 具体为: $\text{CHF}_3\text{CH}_2\text{Cl}$ 、 $\text{CHF}_3\text{CH}_2\text{Br}$ 、 $\text{CHF}_3\text{CH}_2\text{I}$ 。

3. 根据权利要求1所述的二氟乙胺的合成工艺,其特征在于:所述第一步、胺化反应中,所述溶剂为:NMP;DMF;DMSO;烷基二醇:丙二醇或乙二醇。

4. 根据权利要求1所述的三氟乙胺的制备方法,其特征在于:所述第一步、胺化反应具体操作如下:采用间歇工艺,在装有尾气吸收装置的高压反应釜中依次加入溶剂、液氨和适量催化剂,开动搅拌,加热升温,在 30°C — 100°C ,按规定速度慢慢通入 $\text{CHF}_3\text{CH}_2\text{X}$ 反应,观察釜内温状况,当釜温升到约 110°C — 210°C ,此时釜压在 2.0 — 6.0MPa ,保温反应16-36小时,反应基本结束,然后冷却到室温,开启尾气吸收塔,打开排空阀进行过量的氨气吸收操作。

5. 根据权利要求1所述的三氟乙胺的制备方法,其特征在于:所述第一步、胺化反应后的尾气用水喷淋塔吸收处理后,将废氨水运送至污水站。

6. 根据权利要求1所述的三氟乙胺的制备方法,其特征在于:所述第二步、精馏过程中,反应物料在2L玻璃精馏装置进行精馏操作,分馏出合格成品。

7. 根据权利要求1所述的三氟乙胺的制备方法,其特征在于:所述第二步、精馏过程中,釜内溶剂及副产物经冷却后真空过滤分离,得到副产氯化铵,滤液也即溶剂回用。

一种三氟乙胺的制备方法

[0001]

技术领域

[0002] 本发明属于有机中间体的领域,具体涉及一种三氟乙胺的制备方法。

背景技术

[0003] 三氟乙胺是重要的有机中间体,广泛应用于农药、医药化工等行业。在农药领域中,可以合成活性高的杀虫剂、杀螨剂、杀卵剂,以及合成除草剂。在医药领域中,可以作为医药中间体制备治疗糖尿病的药物1,2-取代双胍及其衍生物。

[0004] 其合成主要有以下几条路线:

1934年Henry Gilman以三氟乙酸钠为原料,经酯化、酰胺化、五氧化磷脱水生成三氟乙腈,最后铂催化加氢得到目标产物三氟乙胺。该路线步骤较长,且操作复杂,总收率较低,没有工业化意义。

1954年GB717232对方法1加以改进,以三氟乙酰胺为原料,经氢化铝锂还原制备得到目标产物。该方法路线简洁,但是原料比较昂贵,很难实现工业化。

[0005] 以三氟乙醛为原料与苄胺反应生成亚胺,再重排,最后水解得到三氟乙胺。该路线设计比较巧妙,收率也较高,但是原料三氟乙醛为气体且比较昂贵,工业成本较高难以工业化。

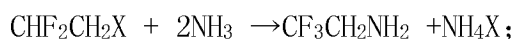
[0006] 2002年V.A. Soloshonok等对方法4加以改进以三氟乙酸为原料,经酰化、苄胺亚胺化、3次重排、脱卤和最后水解得到目标产物三氟乙胺。该路线原料成本虽然相对较便宜,但是路线繁多、操作困难和收率较低,也较难产业化。

发明内容

[0007] 发明目的:为了解决现有技术的不足,本发明提供了一种三氟乙胺的制备方法。

[0008] 技术方案:一种三氟乙胺的制备方法,包括如下步骤:

第一步、胺化反应:以 $\text{CHF}_2\text{CH}_2\text{X}$ 为原料,在溶剂及催化剂存在下通氨气氨化生成三氟乙胺,反应方程式如下:



第二步、精馏:胺化后的产物经过精馏得到成品,釜液经过滤后得到副产氯化铵,滤液作为胺化反应的溶剂回用;催化剂为无机碘化物,溶剂为常用的有机溶剂DMF或NMP。

[0009] 作为优化:所述第一步、胺化反应中,所述 $\text{CHF}_2\text{CH}_2\text{X}$ 具体为: $\text{CHF}_2\text{CH}_2\text{Cl}$ 、 $\text{CHF}_2\text{CH}_2\text{Br}$ 、 $\text{CHF}_2\text{CH}_2\text{I}$ 。

[0010] 作为优化:所述第一步、胺化反应中,所述溶剂为:NMP;DMF;DMSO;烷基二醇:丙二醇或乙二醇。

[0011] 作为优化:所述第一步、胺化反应具体操作如下:采用间歇工艺,在装有尾气吸收装置的高压反应釜中依次加入溶剂、液氨和适量催化剂,开动搅拌,加热升温,在 $30^\circ\text{C} - 100^\circ\text{C}$

℃,按规定速度慢慢通入 $\text{CHF}_2\text{CH}_2\text{X}$ 反应,观察釜内温状况,当釜温升到约 $110^\circ\text{C}-210^\circ\text{C}$,此时釜压在 $2.0-6.0\text{MPa}$,保温反应 $16-36$ 小时,反应基本结束,然后冷却到室温,开启尾气吸收塔,打开排空阀进行过量的氨气吸收操作。

[0012] 作为优化:所述第一步、胺化反应后的尾气用水喷淋塔吸收处理后,将废氨水运送至污水站。

[0013] 作为优化:所述第二步、精馏过程中,反应物料在 2L 玻璃精馏装置进行精馏操作,分馏出合格成品。

[0014] 作为优化:所述第二步、精馏过程中,釜内溶剂及副产物经冷却后真空过滤分离,得到副产氯化铵,滤液也即溶剂回用。

[0015] 有益效果:本发明制得的成品纯度 $\geq 99.5\%$,成品收率 $\geq 90\%$ 。

[0016] 本发明相比其他方法,原材料成本低且易得、反应操作简单、条件温和、易于工业化生产;收率和转化率都有很大的提高。

附图说明

[0017] 图1是本发明的工艺流程示意图。

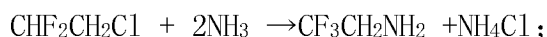
具体实施方式

[0018] 下面结合具体实施例对本发明作进一步说明。

[0019] 实施例1

如图1所示,一种三氟乙胺的制备方法,包括如下步骤:

第一步、胺化反应:以 $\text{CHF}_2\text{CH}_2\text{X}$ 为原料,在溶剂及催化剂存在下通氨气氨化生成三氟乙胺,反应方程式如下:



所述溶剂为:NMP或DMF。

[0020] 胺化反应具体操作如下:采用间歇工艺,在装有尾气吸收装置的高压反应釜中依次加入溶剂、液氨和适量催化剂,开动搅拌,加热升温,在 30°C ,按规定速度慢慢通入 $\text{CHF}_2\text{CH}_2\text{Cl}$ 反应,观察釜内温状况,当釜温升到约 110°C ,此时釜压在 2.0MPa ,保温反应 16 小时,反应基本结束,然后冷却到室温,开启尾气吸收塔,打开排空阀进行过量的氨气吸收操作。

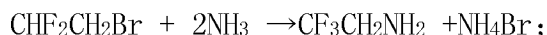
[0021] 胺化反应后的尾气用水喷淋塔吸收处理后,将废氨水运送至污水站。

[0022] 第二步、精馏:胺化后的产物经过精馏得到成品,釜液经过滤后得到副产氯化铵,滤液作为胺化反应的溶剂回用;催化剂为无机碘化物,溶剂为常用的有机溶剂DMF或NMP。精馏过程中,反应物料在 2L 玻璃精馏装置进行精馏操作,分馏出合格成品;釜内溶剂及副产物经冷却后真空过滤分离,得到副产氯化铵,滤液也即溶剂回用。

[0023] 实施例2

如图1所示,一种三氟乙胺的制备方法,包括如下步骤:

第一步、胺化反应:以 $\text{CHF}_2\text{CH}_2\text{Br}$ 为原料,在溶剂及催化剂存在下通氨气氨化生成三氟乙胺,反应方程式如下:



所述溶剂为:DMSO。

[0024] 胺化反应具体操作如下:采用间歇工艺,在装有尾气吸收装置的高压反应釜中依次加入溶剂、液氨和适量催化剂,开动搅拌,加热升温,在100℃,按规定速度慢慢通入 $\text{CHF}_2\text{CH}_2\text{Br}$ 反应,观察釜内温状况,当釜温升到约210℃,此时釜压在6.0MPa,保温反应36小时,反应基本结束,然后冷却到室温,开启尾气吸收塔,打开排空阀进行过量的氨气吸收操作。

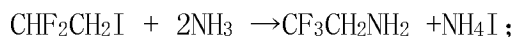
[0025] 胺化反应后的尾气用水喷淋塔吸收处理后,将废氨水运送至污水站。

[0026] 第二步、精馏:胺化后的产物经过精馏得到成品,釜液经过滤后得到副产氯化铵,滤液作为胺化反应的溶剂回用;催化剂为无机碘化物,溶剂为常用的有机溶剂DMF或NMP。精馏过程中,反应物料在2L玻璃精馏装置进行精馏操作,分馏出合格成品;釜内溶剂及副产物经冷却后真空过滤分离,得到副产氯化铵,滤液也即溶剂回用。

[0027] 实施例3

如图1所示,一种三氟乙胺的制备方法,包括如下步骤:

第一步、胺化反应:以 $\text{CHF}_2\text{CH}_2\text{I}$ 为原料,在溶剂及催化剂存在下通氨气氨化生成三氟乙胺,反应方程式如下:



所述溶剂为:烷基二醇:丙二醇或乙二醇。

[0028] 胺化反应具体操作如下:采用间歇工艺,在装有尾气吸收装置的高压反应釜中依次加入溶剂、液氨和适量催化剂,开动搅拌,加热升温,在80℃,按规定速度慢慢通入 $\text{CHF}_2\text{CH}_2\text{I}$ 反应,观察釜内温状况,当釜温升到约170℃,此时釜压在4.0MPa,保温反应27小时,反应基本结束,然后冷却到室温,开启尾气吸收塔,打开排空阀进行过量的氨气吸收操作。

[0029] 胺化反应后的尾气用水喷淋塔吸收处理后,将废氨水运送至污水站。

[0030] 第二步、精馏:胺化后的产物经过精馏得到成品,釜液经过滤后得到副产氯化铵,滤液作为胺化反应的溶剂回用;催化剂为无机碘化物,溶剂为常用的有机溶剂DMF或NMP。精馏过程中,反应物料在2L玻璃精馏装置进行精馏操作,分馏出合格成品;釜内溶剂及副产物经冷却后真空过滤分离,得到副产氯化铵,滤液也即溶剂回用。

[0031] 本发明不局限于上述最佳实施方式,任何人在本发明的启示下都可得出其他各种形式的产品,但不论在其形状或结构上作任何变化,凡是具有与本发明相同或相近似的技术方案,均落在本发明的保护范围之内。

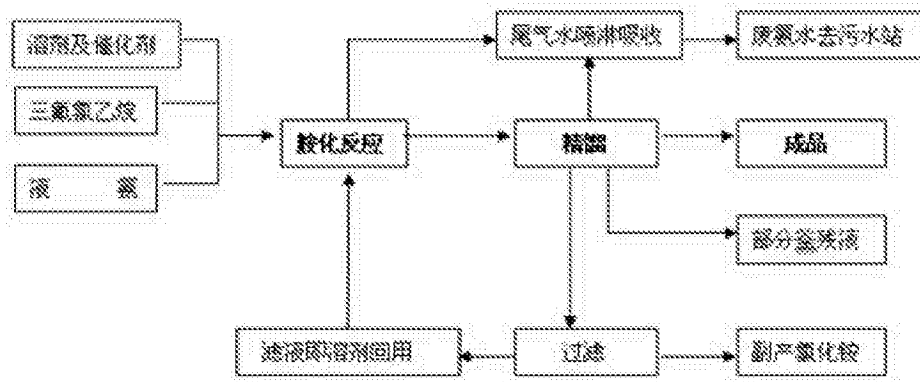


图1