

氟哌酸中间体氟氯苯胺硝化反应中的废酸套用

浙江省医药工业公司 张 弘 马启明

氟氯苯胺是合成喹诺酮类药物的重要中间体。在用邻二氯苯硝化制备氟氯苯胺过程中,其废酸还含较高的酸浓度($H_2SO_4 \approx 69\%$, $HNO_3 \approx 10\%$),给生产上的三废处理带来很大的问题。为减少三废处理量,作者对硝化过程中的废酸进行了回收套用试验,取得较为满意的结果。

实 验 部 份

一、含量分析方法

仪器 上分厂102型气相色谱仪
CDMC-2A型色谱数据处理仪
填料 Chromosorb 20-HP
固定液 SE-52

表 1

废酸批号	I				II			
	废 酸		收率	含量	废 酸		收率	含量
	H_2SO_4	HNO_3			H_2SO_4	HNO_3		
套用次数								
1	69.38	9.67	98.0	100.00	69.38	9.67	98.3	99.9
2	68.29	11.23	98.9	100.00	69.08	13.70	97.3	99.9
3	74.49	10.53	87.3	99.8	67.30	9.63	96.3	99.8
4	72.43	6.04	96.7	100.00	72.54	9.14	96.1	100.00
平 均	71.14	9.36	95.22		69.58	10.54	97.0	

四、结 论

1. 废酸连续套用四次,对产物的质量和收率基本上不影响,可以在生产中套用,

废酸分析系用中和法测总酸量和 $BaSO_4$ 沉淀法测 SO_4^{2-} 。

二、实验过程

将废酸(约含 H_2SO_4 67%, HNO_3 10%) 238.8 g 和 56.2 g H_2SO_4 (98%) 投入反应瓶中,在低于 $60^\circ C$ 下滴加 69 g HNO_3 (含量 98%),加毕后冷却并控制在 $50^\circ C$ 以下滴加邻二氯苯 96 g,然后升温至 $60-65^\circ C$ 保温反应 2 小时,反应结束后冷却,静置,分去废酸,有机层用 10% NaOH 溶液调 PH 至中性以 2×40 ml 的自来水洗涤,干燥有机层得产物 124 g,收率约 96%,GC 测定含量 $\geq 98\%$ 。

三、实验结果

结果见表 1。

2. 套用废酸四次,可以减少 3/5 的废酸三废量,同时亦降低了生产成本。