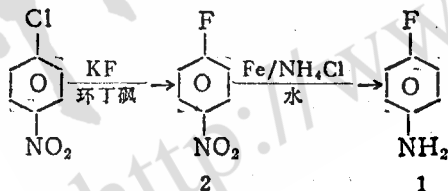


对氟苯胺合成的改进

严伟民 沈宇光 (上海医科大学红旗制药厂, 上海 200032)

对氟苯胺 (P-fluoroniline) 是用于植物生长调节剂、除莠剂、药物中间体等有机合成的重要中间体, 其合成方法国外有较多报道^[1,2,3]。我们按文献路线制取, 但在实验中作了一些改进: (1) 用原料易得的环丁砜替代二甲基亚砜(DMSO)、二甲基甲酰胺(DMF)作氟化反应的溶剂。环丁砜是一种惰性、无腐蚀性、热稳定性高的有机溶剂。改用环丁砜, 除解决了使用 DMF、DMSO 作反应溶剂易分解和有气味及回收率偏低等弊病外, 而且反应条件较温和, 尚可回收约90%的环丁砜反复套用, 具有较为显著的环保效益和经济效益。(2) 还原反应将文献的催化氢化改为铁粉—氯化铵还原, 不仅简化了工艺, 而且收率也由72%提高到90%左右。

1 反应路线



2 实验部分

2.1 对硝基氟苯(2)

将对硝基氟苯31.5 g (0.2 mol)、氟化钾23.2 g (0.4 mol)和环丁砜150 ml, 投入250 ml反应瓶中, 在搅拌下于190~200°C反应2 h, 过滤, 滤液减压收集 bp 90~95°C/2.4 kPa馏份, 得(2)23.6 g, 收率84%, 剩余物再减压收集 bp 150~160°C/2.4 kPa馏份的环丁砜136 g, 回收率90%。

2.2 对氟苯胺(1)

铁粉22 g (0.4 mol)、水100 g, 加适量 NH_4Cl (pH 3~4), 投入250 ml反应瓶中, 在搅拌下于90°C加入(2)28.2 g (0.2 mol), 回流3 h, 反应结束, 水蒸汽蒸馏, 分离出有机层, 干燥有机层得(1)20.4 g, 收率92%, 经气相色谱分析产品含量>98%。

参考文献

- 1 Benington et al. J. Org. Chem. 18, 1508 (1953)
- 2 Finger et al. J. Am. Chem. Soc. 81, 98 (1959)
- 3 Lalancette. Brindle, Can. J. Chem. 49, 2990(1971)

收稿日期: 1993-11-22