

·简报·

N-氯代丁二酰亚胺的合成工艺改进

杨锦飞^{*}, 刘云山

(南京师范大学化学与环境科学学院, 江苏南京 210097)

关键词 *N*-氯代 丁酰亚胺; 合成

中图分类号: R972 . 4 R944. 4 文献标识码: A

文章编号: 1000-5048(2001)01-0396-02

N-氯代丁二酰亚胺 (*N*-chloro-succimide, NCS) 是有机合成中一种重要氯化剂, 能专一地取代脂肪酰氯的 α -H, 制得高纯的 α -氯代脂肪酸及其衍生物^[1], 而后者是重要的精细化学品, 医药上是强力霉素、甲烯土霉素、炔诺酮、16-次甲基孕酮、氯芪酚胺等的合成原料, 亦可作为农药、香料的重要原料。用作聚酯纤维表面处理剂, 可以增强其对染了粘合剂、印刷油墨的接受能力。

关于 NCS 的合成方法, 早期文献有所报道^[2,3]。国内亦有厂家生产, 但据作者了解, 这些方法或产率低, 原料成本高; 或反应条件苛刻, 难以控制。有的生产厂家产品质量难达高标准, 甚至存在着爆炸的危险。

我们以国内外市场需求为出发点, 改进了 NCS 的合成方法, 考察了各种反应条件对反应的影响, 找到最佳工艺, 为工业化生产提供了可靠依据。

1 实验

1.1 主要原料

丁二酰亚胺, 液氯。

1.2 操作方法

将 50.0 g 的 N HS 和 250.0 ml 水加到四颈瓶中, 加入适量的催化剂醋酸钠, 待 N HS 全部溶解后开始通氯, 即刻有白色固体产生。严格控制通氯速度, 保持反应温度 30°C 左右, 开启搅拌, 通氯完毕, 继续反应半小时。水泵抽滤, 产物用 40.0 ml 蒸

馏水洗两次, 用 20.0 ml 乙醇洗一次, 烘干, 得白色结晶粉末 62.7 g, 产率 92.5%。

1.3 测试分析^[4]

(1) IR 分析: 采用 KBr 压片法, FTS-40 傅立叶变换红外光谱进行 IR 分析, 结果与标准图谱相符。

(2) 其它项目分析与英国 Peboc 公司提供的标准对照见表 1

Tab 1. Quality standard of NCS

Item	Pure sample	Standard sample	Our sample
Exterior	White crystal powder	White crystal powder	White crystal powder
mp /°C	150~153	148~153	150~153
Content %	≥ 99.0	≥ 98.0	≥ 99.1
Content of cl %	≥ 26.3	≥ 26.1	≥ 26.3

2 结果与讨论

2.1 催化剂的选择

我们分别对不同催化剂和使用不同催化剂情况作了考察, 结果如表 2

Tab 2. The effect of the catalyst on the reaction

Catalyst	Yield%
No catalyst	21.1
Acid catalyst	69.2
Basic catalyst	78.4
Catalyst with weak base	92.5

从表 2 知, 使用酸性催化剂和碱性催化剂对反

应都有催化作用,但弱碱性催化剂催化效果最好。

2.2 原料配比的影响

考察了不同的原料配比对反应的影响,结果见

表 3

Tab 3. The effect of the mole ratio of the raw materials

N HS: Cl ₂ (mol: mol)	Yield(%)
1: 1	65. 2
1: 1. 05	79. 3
1: 1. 1	92. 4
1: 1. 2	92. 6

表 3说明,液氯过量对该反应有利,但当 NCS 和液氯的摩尔比超过 1: 1. 1 时对产率影响不大,所以采取 1: 1. 1 为宜。

2.3 反应温度的影响

该反应是放热反应,故控制体系温度对该反应影响很大,当温度低于 20℃ 时,反应不易发生,此时如继续通氯,本反应的氯将大量积累,一旦反应开始,将产生爆发性激烈反应,使体系温度难以控制,甚至发生爆炸危险。所以正确的操作是先将体

系温度提高到 30℃ 左右,开始通氯,待有固体生成后通过滴加液氯速度和冷却水循环来保持体系温度在 25~35℃ 之间。

3 结 论

用 N HS 和液氯在弱碱性催化剂醋酸钠存在下 30℃ 左右一步反应制得 NCS, 产品质量好, 产率高。工艺成熟, 操作简便。

参 考 文 献

- [1] 彭卫红 (Peng WH), 成本诚 (Cheng BC). 关于 α -卤代羧酸的应用研究 [J]. 湖南化工, 1986, 1, 24.
- [2] 中国商品大辞典编辑委员会. 中国商品大辞典 化学试剂分册 [M]. 北京: 中国商业出版社, 1994 225.
- [3] Zimmer H, Audrieth LF. Tertiary butyl hypochlorite as an *N*-chlorinating agent [J]. *J Am Chem Soc*, 1954, 76(14), 3856~3857.
- [4] Weast RC. *CRC Handbook of chemistry and physics*, U. S. A, 58th, c-151(1977~1978).

Technological Study of *N*-Chloro Succimide Synthesis

YANG Jin-Fei, LIU Yun-Shan

College of Chemistry and Environmental Science, Nanjing Normal University, Nanjing 210097, China

ABSTRACT Using succimide (N HS) and chlorine as the raw materials, *N*-Chloro-succimide was synthesized by the substitution reaction. The effects of catalyst, mole ratio of the raw materials and reaction temperature on the reaction were studied, and the optimal experimental conditions were obtained.

KEY WORDS *N*-Chloro-succimide; Synthesis

欢迎订阅 2002年药学期刊

《药物流行病学杂志》是中国药学会直属期刊,由中国药学会与武汉医药(集团)股份有限公司联合主办,是此边缘学科在我国乃至亚洲第一本公开发行的专业期刊。自 1992 年创刊以来,日益受到海内外医学和药学界人士的关注,发行量逐年增加。为满足广大读者和作者的需求,加快信息传递,缩短用稿周期,经研究决定从 2002 年起该刊改为双月刊,仍设有“述评”、“药效评价”、“药物不良反应与安全用药”、“药物利用”、“药物经济学”、“国外进展”、“研究方法”、“讲座”和“病例报道(不良反应)”“文摘”等栏目,大 16 开 56 页,印刷装帧精良。2002 年每期定价 5 元,半年 15 元,全年 30 元,邮发代号 38-187,请及时向当地邮局订阅,漏订者直接向该杂志社发行部补订,免收邮挂费。地址:湖北省武汉市兰陵路 2 号,药物流行病学杂志社 邮编:430014 电话:027-83835077, 82782449 E-mail: acjpe077@public.wh.hb.cn