

研究简报

工业乙醇水溶液在2-氨基吡啶 与苦基氯反应中的应用

王乃兴

(中国科学院化学研究所, 北京 100080)

摘要 在2-氨基吡啶与苦基氯的缩合反应中, 采用工业乙醇的水溶液作溶剂, 产物的得率达88%。

关键词 2-氨基吡啶 苦基氯 缩合反应 反应介质

1 引言

在研制2,6-双苦氨基-3,5-二硝基吡啶(PYX)过程中, Coburm等人^[1,2]曾先后用价格昂贵的二甲基甲酰胺或异丙醇作为2,6-二氨基吡啶与苦基氯缩合反应的溶剂。笔者在研究2-氨基吡啶与苦基氯缩合反应中, 采用价廉的工业乙醇水溶液作为溶剂, 并取消了上述方法中所需的催化剂, 减少污染, 取得良好效果, 使得率达88%。

2 实验部分

2.1 仪器和药品

红外光谱仪, 岛津 IR-408 型; 质谱仪, FINNIGAN MAT-45B 型; 元素分析仪, CARLO ERBA-1102 型; 差热分析仪, PC-22 型。2-氨基吡啶, 分析纯; 苦基氯, 自制纯化, 使用前用无水乙醇重结晶。

2.2 操作过程

在一装有温度计、搅拌器和冷凝回流装置的250ml三颈瓶中加入35ml 98%的工业乙醇, 再加入30ml水, 搅拌下加入1.13g(0.012mol)的2-氨基吡啶, 再加入2.98g(0.012mol)的苦基氯, 然后加入1.01g(0.02mol)的NaHCO₃, 在45℃左右反应1h, 然后回流3h, 冷至室温, 将反应混合液倾入约100ml冷水中, 静置, 过滤, 充分水洗, 干燥后得产物3.22g, 得率88%。

IR(KBr, cm⁻¹): 3354(-NH-); 3005(Ar-H); 1600(C=C); 1548, 1325(-NO₂)。元素分析(%): C₁₁H₇O₆N₅; 理论值 C, 43.28; H, 2.29; N, 22.95; 实测值 C, 43.25; H, 2.26; N, 22.92。MS(Cl): 306[(M+1)⁺, 100%]。

3 结 论

用工业乙醇的水溶液作为 2-氨基吡啶与苦基氯反应的溶剂,可使产物得率达 88%,并明显地降低了成本,表明该法是可行的。

参 考 文 献

- 1 Coburn M D. U. S. Patent 3 678 061,1972.
- 2 Hudson F M. Eur. Patent 0 104 717,1984.

USING COMMERCIAL ETHANOL AS REACTION MEDIUM IN CONDENSATION OF 2-AMINO PYRIDINE WITH PICRYL CHLORIDE

Wang Naixing

(Institute of Chemistry, Academia Sinica, Beijing 100080)

ABSTRACT Commercial ethanol aqueous solution was used to substitute isopropanol as a reaction medium for condensation of 2-amino pyridine with picrylchloride. This modification increases the yield of final product up to 88% and obviously reduces the cost as well.

KEYWORDS 2-aminopyridine, condensation, picrylchloride, reaction medium.