

文章编号: 1006-9941(2007)01-0096-01

## 2-氯-4,6-二甲基嘧啶的合成改进研究

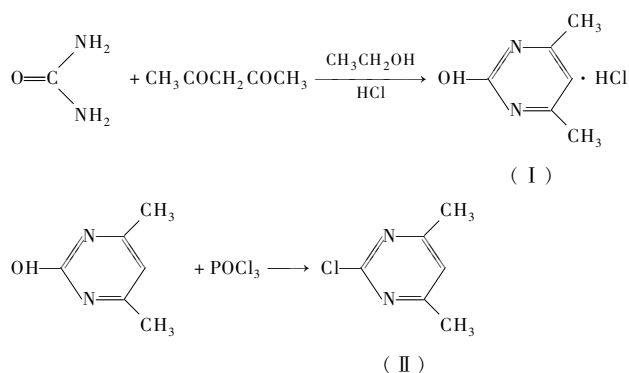
李旭光<sup>1,2</sup>, 舒远杰<sup>2</sup>, 高世杰<sup>1,2</sup>, 熊鹰<sup>2</sup>, 宗和厚<sup>2</sup>

(1. 西南科技大学材料科学与工程学院, 四川 绵阳 621010;

2. 中国工程物理研究院化工材料研究所, 四川 绵阳 621900)

多氮、高氮化合物具有高正生成热和较好稳定性的特点, 是一类具有良好应用前景的新型含能材料。氮杂环化合物 2-氯-4,6-二甲基嘧啶(II)是合成上述材料的重要中间体之一。

2-氯-4,6-二甲基嘧啶的制备路线如下:



2-羟基-4,6-二甲基嘧啶盐酸盐(I)的制备方法通常是先将乙醇加热至沸腾, 再加入尿素, 溶解后加入乙酰丙酮, 然后停止加热, 趁热加入盐酸, 静置反应一段时间, 结束后直接过滤分离产物, 反应温度高, 工艺繁琐, 收率低(74.5%)。针对这些问题, 我们进行了改进: 将所有反应物按比例在常温下依次加入, 升温至 65 °C 搅拌反应, 反应结束后减压浓缩, 加入适量乙醇和乙醚, 过滤分离后干燥得白色固体产物(I)。熔点大于 335 °C (与文献一致), IR( $\nu/\text{cm}^{-1}$ ): 3446(OH)、2843(CH<sub>3</sub>)、1743(C=O)、1682(C=N)、1633(C=C)、1282(C-N)、1030(C-O)  $\text{cm}^{-1}$ 。元素分析(%) 实测值(计算值): C 44.63(44.87), H 5.48(5.65), N 17.26(17.44)。

收稿日期: 2006-11-29; 修回日期: 2006-11-30

基金项目: 国家自然科学基金-中国工程物理研究院联合基金重点资助项目(10576030)

作者简介: 舒远杰(1969-), 男, 研究员, 从事含能材料制备与性能研究。

在上述改进的基础上进一步研究了温度、时间对 2-羟基-4,6-二甲基嘧啶盐酸盐收率的影响(见图 1), 结果表明较合适的反应条件为 65 °C 下反应 48 h, 化合物(I)得率达 91.3%。

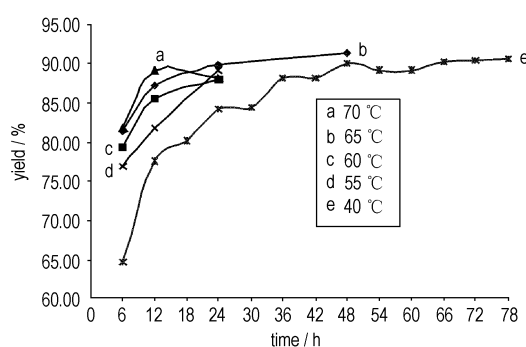


图 1 温度、时间对收率的影响

Fig. 1 Effects of reaction temperature and time on the yield

2-氯-4,6-二甲基嘧啶(II)的制备通常是在回流反应 19 h 后蒸除三氯氧磷, 再倒入冰水中水解, 由于残留的三氯氧磷遇水强烈水解放出大量热, 经常发生暴沸得不到产物, 造成实验失败; 饱和氢氧化钾中和后用大量乙醚萃取 24 h, 然后蒸干得到产物。上述操作繁琐, 环境污染大, 得率低(54.7%)。我们进行了改进: 回流 8~10 h 后蒸除三氯氧磷, 放入冰箱中冷却 10~30 min, 再慢慢滴到冰块中在搅拌下水解, 有效防止了暴沸; 水解结束后, 加入饱和氢氧化钾中和至 pH 值等于 9, 同时用大量冰水冷却, 静置 5~10 min, 结晶析出棕黄色产物, 过滤分离。产物(II)收率达 92.7%, 熔点 33.7~34.5 °C (与文献一致), IR( $\nu/\text{cm}^{-1}$ ): 2970(CH<sub>3</sub>), 1740(C=N), 1594(C=C), 1251(C-N), 867(C-Cl)  $\text{cm}^{-1}$ 。元素分析(%) 实测值(计算值): C 50.38(50.54), H 4.79(4.95), N 19.51(19.65)。

关键词: 有机化学; 2-氯-4,6-二甲基嘧啶; 合成; 收率

中图分类号: TJ55; O62