

# 丁草胺合成工艺改进

金朝辉 丁斌 张福胜

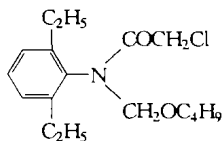
(吉林化工学院化学工程系, 吉林 132022)

**摘要** 作者对丁草胺生产中的缩合反应工艺进行了研究, 降低了碱液浓度, 提高了转化率及产品收率, 简化了生产过程。

**关键词** 丁草胺 缩合反应 碱浓度

丁草胺的化学名称为 2-氯-2',6'-二乙基-N-(丁氧甲基)乙酰替苯胺, 又称去草胺、灭草特。分子式:  $C_{17}H_{26}ClNO_2$ , 分子量: 311.9。

结构式:



丁草胺为选择性苗前除草剂, 广泛地应用于水稻田的除草, 是优良的除草剂之一, 能防除稗草、碎米莎草、异型莎草、萤蔺、牛毛草、泽泻等<sup>[1]</sup>。

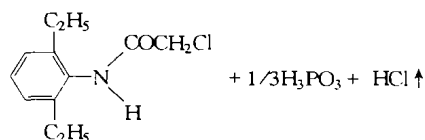
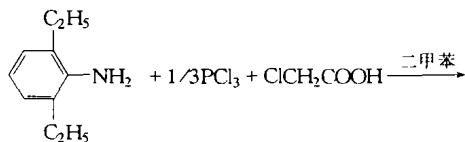
改进原工艺中不合理部分, 降低生产成本是势在必行的事情, 而缩合反应是丁草胺生产工艺中至关重要的一步。原工艺的缩合岗位采用 47% 的液碱, 而市场上只有 42% 的液碱, 所以 47% 的液碱必须自己配制。在配制过程中, 需要经历砸固碱、溶碱、搅拌、蒸汽加热、冷却等工艺过程, 如果能以 42% 的液碱代替 47% 的液碱, 既可节省人力, 又可节省物力, 所以采用 42% 的液碱替代 47% 的液碱是很有意义的。

## 1 实验部分

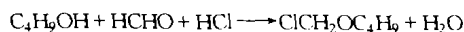
### 1.1 合成原理

2,6-二乙基苯胺与氯乙酸、三氯化磷在二甲苯溶剂中反应生成伯酰胺(2-氯代-2',6'-二乙基-乙酰替苯胺), 即酰化反应; 丁醇、甲醛与盐酸气反应生成氯甲基丁基醚, 即醚化反应; 伯酰胺与氯丁醚在碱性介质中反应生成丁草胺粗产品, 即缩合反应; 最后减压浓缩即得丁草胺产品<sup>[2]</sup>。反应方程式如下。

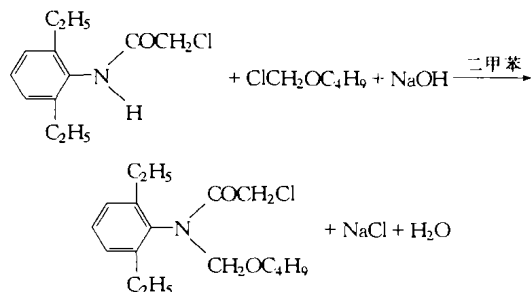
酰化反应:



醚化反应:



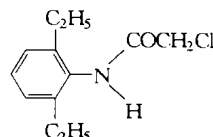
缩合反应:



### 1.2 原料规格及其性质

#### 1.2.1 伯酰胺(2-氯-2',6'-二乙基-乙酰替苯胺)

结构式:



分子式:  $C_{12}H_{16}ClNO$ , 分子量: 225.5。纯品为白色针状结晶, 不溶于冷水, 溶于热水、热的二甲苯、氯仿<sup>[1]</sup>。

#### 1.2.2 氯丁醚(氯甲基丁基醚)

分子式:  $C_5H_{11}ClO$ , 分子量: 122.5。常温下为无色液体, 沸点  $132^\circ\text{C}$ , 比重  $D_4^{20} 0.9630$  (工业品), 可与多种有机溶剂互溶<sup>[1]</sup>。

### 1.3 实验方法

在装有搅拌器、温度计及滴液漏斗的三口烧瓶中, 加入一定量原料伯酰胺及溶剂二甲苯, 然后加入计量的助剂和一定量的 42% 氢氧化钠溶液<sup>[3]</sup>, 在  $40^\circ\text{C}$  以下滴加氯丁醚, 控制在一个小时内滴完, 然后搅拌一个小时。反应结束后, 加入 50ml 水, 搅拌一段时间, 静止分层, 分出油层即为丁草胺的二甲苯溶

液,脱溶可得丁草胺原药。采用加入助剂的42%的液碱与不加入助剂的30%、42%、47%的液碱进行对比试验。原料及产品的定量分析采用气相色谱仪分析。对比试验结果如下。

表1 加入47%液碱的试验结果

序号	转化率(%)	产品含量(%)	未脱溶产物重(g)
1	81.49	38.61	99
2	81.57	38.92	96.5
3	81.58	37.33	98
4	80.43	37.30	100
5	82.97	37.20	97

表2 加入42%液碱的试验结果

序号	转化率(%)	产品含量(%)	未脱溶产物重(g)
1	74.32	36.35	98
2	75.11	35.21	97.5
3	74.63	35.36	95
4	75.02	34.87	96.5
5	75.85	34.69	98

表3 加入30%液碱的试验结果

序号	转化率(%)	产品含量(%)	未脱溶产物重(g)
1	69.54	37.58	97.5
2	68.87	36.31	98.5
3	68.41	35.47	97
4	69.25	35.24	99
5	67.54	34.25	98

表4 加入助剂的42%液碱的试验结果

序号	转化率(%)	产品含量(%)	未脱溶产物重(g)
1	99.72	40.42	100
2	98.19	37.70	100
3	97.77	44.41	99.5
4	97.19	38.02	100
5	97.29	38.38	99

注:对应的实验序号均是在其它条件不变的情况下进行的实验。

## 2 结果与讨论

### 2.1 助剂的影响

通过研究发现,不加助剂,无法用42%的液碱代替47%的液碱(见表1和表2)。直接使用42%的液碱,必须加入助剂,而助剂的加入量对反应结果影响显著。加入量少时,原料的转化率和产品的收率较低;加入量多时,原料的转化率和产品的收率虽有所提高,但仍比较佳加入量效果差得多,且使成本增加,只有在助剂加入量适当时,才能得到理想的反应结果。

### 2.2 实验方法的影响

- 不加助剂,采用47%液碱  
原料的转化率较高,产品的收率较高。
- 不加助剂,采用42%液碱  
原料的转化率低,产品的收率低。
- 不加助剂,采用30%液碱  
原料的转化率低,产品的收率较低。
- 加助剂,采用42%液碱  
原料的转化率高,产品的收率高。

### 2.3 转速的影响

缩合反应为非均相反应,因此传质过程对反应速度和反应结果影响显著。通过实验发现,搅拌器转速低,混合不充分,反应速度慢,反应时间长;转速高时,混合较均匀,反应速度快,原料转化率高,产品的收率较高。试验结果表明,以200~300rpm为宜。

### 2.4 醚量的影响

醚量对反应结果影响也比较显著,醚量过少,原料伯酰胺的转化率低,产品的收率低;醚量过多,其中的HCl和氢氧化钠反应,碱性环境发生改变,反应不完全,原料伯酰胺转化率低,产品的收率低<sup>[4]</sup>。

## 3 结论

3.1 加入助剂后,提高了原料的转化率和产品的收率。

3.2 采用加入助剂的方法,实现了由42%的液碱代替47%的液碱用于合成丁草胺。

3.3 改善了工作环境。

### 参考文献

- 系若明等.中国化工医药产品大全.北京:科学出版社,1996.292
- 蒋洪寿.天津化工,1991,(2):28-30
- 涂立生.广东化工,1990,(3):31-32
- 涂立生.广东化工,1998,(4):39-40

### The Improved Process for the Synthesis of Butachlor

Jin Zhaohui et al.

(The Department of Chemical Technology, Jilin Institute of Chemical Industry, Jilin 132022)

**Abstract:** The improvement of the condensation technology on the butachlor production is carried out. It has been realized that the sodium hydroxide solution of 47 percent is replaced with the solution 42 percent, which simplifying the process and raising the conversion rate and the yield of product and reducing the consistency of the sodium hydroxide solution.

**Key words:** butachlor, condensation reaction, consistency of the sodium hydroxide solution.

收稿日期:2001.8.10