



# (12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 115353473 A

(43) 申请公布日 2022. 11. 18

(21) 申请号 202210872686.8

(22) 申请日 2022.07.21

(71) 申请人 山东戴瑞克新材料有限公司

地址 257000 山东省东营市河口区明园路  
61号

(72) 发明人 李宪索 徐晓兰 马亚敏 褚世成  
郑崇纳 薛苗 王兴军 纪艳宇

(74) 专利代理机构 东营辛丁知联专利代理事务  
所(普通合伙) 37334

专利代理师 孙宏磊

(51) Int. Cl.

C07C 381/00 (2006.01)

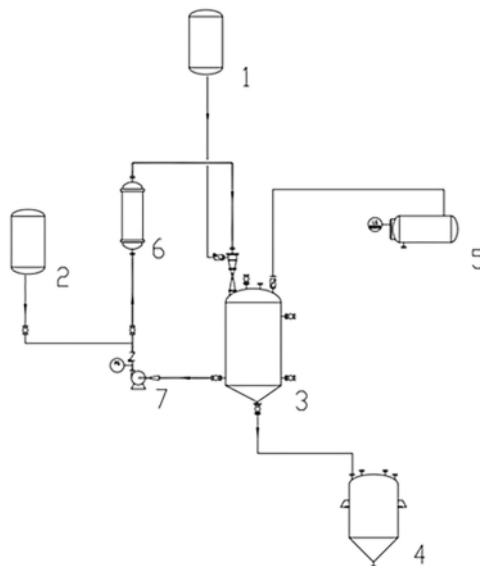
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

## (54) 发明名称

一种全氯甲硫醇的制备工艺

## (57) 摘要

本发明涉及全氯甲硫醇技术领域,涉及一种全氯甲硫醇的制备工艺,其包括如下装置:氯气缓冲罐、二硫化碳中间罐、氯化反应器、萃取釜、爆破吸收罐、冷凝器、循环泵。所述全氯甲硫醇的制备工艺包括如下步骤:S1.将稀盐酸加入反应器中,开启循环泵;S2.将二硫化碳和氯气连续通入反应器中,同时控制反应器温度;S3.反应后,当氯化反应器中液体到达一定密度,同时液面到达放液位时,开启放料阀门,到达低液位后关闭放料阀门,并补加水;S4.放料阀门流出液体进入萃取釜中,静置后,分离下层液得到产物。本发明减少了反应物的损耗和浪费,并且减少了副产物的生成,有效提高了收率,安全、便捷、成本低,能够持续生产,具有显著的进步,应用前景良好。



1. 一种全氯甲硫醇的制备工艺,其特征在于,所述全氯甲硫醇的制备工艺包括如下装置:氯气缓冲罐、二硫化碳中间罐、氯化反应器、萃取釜、爆破吸收罐、冷凝器、循环泵;

其中,氯气缓冲罐的出料口与氯化反应器的进料口相连,二硫化碳中间罐的出料口通过循环泵与氯化反应器的进料口相连,氯化反应器底部通过循环泵与冷凝器相连,氯化反应器上部与爆破吸收罐相连,氯化反应器的出料口与萃取釜相连;

所述全氯甲硫醇的制备工艺包括如下步骤:

S1. 将稀盐酸加入氯化反应器中,开启循环泵;

S2. 将二硫化碳和氯气连续通入氯化反应器中,同时控制氯化反应器温度;

S3. 反应后,当氯化反应器中液体到达一定密度,同时液面到达放液位时,开启放料阀门,到达低液位后关闭放料阀门,并补加水;

S4. 放料阀门流出液体进入萃取釜中,静置后,分离下层液,得到产物。

2. 根据权利要求1所述全氯甲硫醇的制备工艺,其特征在于,步骤S1中,所述稀盐酸的浓度为2-10%。

3. 根据权利要求1所述全氯甲硫醇的制备工艺,其特征在于,步骤S2中,所述二硫化碳和氯气的摩尔比为1:(5-6)。

4. 根据权利要求1所述全氯甲硫醇的制备工艺,其特征在于,步骤S2中,所述氯化反应器温度为15-20℃。

5. 根据权利要求1所述全氯甲硫醇的制备工艺,其特征在于,步骤S3中,所述反应的时间为24-28 h。

6. 根据权利要求1所述全氯甲硫醇的制备工艺,其特征在于,步骤S3中,所述密度为1.65-1.80。

7. 根据权利要求1所述全氯甲硫醇的制备工艺,其特征在于,步骤S3中,所述放液位为氯化反应器容积的54-55%,所述低液位为氯化反应器容积的38-40%。

8. 根据权利要求1所述全氯甲硫醇的制备工艺,其特征在于,步骤S3中,所述水的加入量为所述稀盐酸体积的0.5-2倍。

## 一种全氯甲硫醇的制备工艺

### 技术领域

[0001] 本发明涉及全氯甲硫醇技术领域,特别是涉及一种全氯甲硫醇的制备工艺。

### 背景技术

[0002] 全氯甲硫醇是克菌丹、灭菌丹、土菌丹等农药杀菌剂重要的中间原料,该种农药品种虽老,但在国际市场上年销量上万吨,是现代新品种农用杀菌剂难以替代的。为此生产该类杀菌剂的中间体,是当务之急。

[0003] 目前,全氯甲硫醇的生产方法不多,常用的方法是以二硫化碳、稀盐酸、氯气为原料通过氯化制得全氯甲硫醇,其反应式如下: $CS_2+5Cl_2+4H_2O\rightarrow CCl_3SCl+6HCl+H_2SO_4$ 。传统制备工艺流程为:将稀盐酸加入氯化反应釜,然后加入二硫化碳,开启搅拌待温度升到25-30℃时,开始通氯20-25小时,取液体测比重,当比重达到1.65以上时结束反应。

[0004] 然而采用传统工艺生产方式进行生产,产品的收率只有60%。二硫化碳和氯气随着酸气排除带出量多,副产物含量高。目前改进工艺中一般二硫化碳可以通过二级冷凝回收,该回收方式可以回收少量二硫化碳将其完全吸收,但是对于二硫化碳大量抛出的情况,则无法回收,造成气味浓重污染环境,还容易引起着火,工人长期在二硫化碳跑、冒、滴、漏的条件下工作严重影响身体健康,同时影响产品收率、增加生产成本、降低生产效率。

[0005] 综上所述,亟需研发一种新型全氯甲硫醇的制备工艺,以解决现有技术中存在的问题,满足当前行业的需求。

### 发明内容

[0006] 本发明提供了一种全氯甲硫醇的制备工艺,在生产工艺和生产设备上做出改进。该生产方式采用闭路连续生产方式,杜绝二硫化碳和氯气的泄露,同时高喷射进料时,反应物接触面增大,副产物大大减少,反应收率提升,克服了现有技术的缺点与不足。

[0007] 本发明的一个目的在于,提供一种全氯甲硫醇的制备工艺,所述全氯甲硫醇的制备工艺包括如下装置:氯气缓冲罐、二硫化碳中间罐、氯化反应器、萃取釜、爆破吸收罐、冷凝器、循环泵;

其中,氯气缓冲罐的出料口与氯化反应器的进料口相连,二硫化碳中间罐的出料口通过循环泵与氯化反应器的进料口相连,氯化反应器底部通过循环泵与冷凝器相连,氯化反应器上部与爆破吸收罐相连,氯化反应器的出料口与萃取釜相连;

所述全氯甲硫醇的制备工艺包括如下步骤:

S1. 将稀盐酸加入氯化反应器中,开启循环泵;

S2. 将二硫化碳和氯气连续通入氯化反应器中,同时控制氯化反应器温度;

S3. 反应后,当氯化反应器中液体到达一定密度,同时液面到达放液位时,开启放料阀门,到达低液位后关闭放料阀门,并补加水;

S4. 放料阀门流出液体进入萃取釜中,静置后,分离下层液,得到产物。

[0008] 本发明的闭路反应器采取连续反应的方式,能够使二硫化碳和氯气完全转化,杜

绝二硫化碳和氯气的外溢。给工人营造一个安全整洁的生产环境。

[0009] 进一步地,步骤S1中,所述稀盐酸的浓度为2-10%。

[0010] 进一步地,步骤S2中,所述二硫化碳和氯气的摩尔比为1:(5-6)。

[0011] 进一步地,步骤S2中,所述氯化反应器温度为15-20℃。

[0012] 进一步地,步骤S3中,所述反应的时间为24-28 h。

[0013] 进一步地,步骤S3中,所述密度为1.65-1.80。

[0014] 进一步地,步骤S3中,所述放液位为氯化反应器容积的54-55%,所述低液位为氯化反应器容积的38-40%。

[0015] 进一步地,步骤S3中,所述水的加入量为所述稀盐酸体积的0.5-2倍。

[0016] 连续反应中,不需要补加稀盐酸,直接补加水,吸收反应器中生成的HCL作为该反应的引发剂,即可进行连续生产。

[0017] 本发明具有以下有益效果:

1. 本发明为连续反应,与传统间歇式反应的操作步骤相比,减少了工人劳动量。

[0018] 2. 本发明采用文曲里高喷射接触式反应,提高了反应收率,减少副产物的产生。

[0019] 3. 本发明的生产装置使用闭路反应器,杜绝了二硫化碳及氯气的跑、冒、滴、漏等问题对环境造成的污染和对人体健康造成的危害。

[0020] 4. 本发明采用连续进料方式,能够利用产物进行持续生产,反应过程中不需要加入稀盐酸,降低原料成本。

## 附图说明

[0021] 图1示出了本发明的全氯甲硫醇的制备工艺流程图;

附图标记:1-氯气缓冲罐;2-二硫化碳中间罐;3-氯化反应器;4-萃取釜;5-爆破吸收罐;6-冷凝器;7-循环泵。

## 具体实施方式

[0022] 为了更清楚地说明本发明的技术方案,列举如下实施例。实施例中所出现的原料、反应和后处理手段,除非特别声明,均为市面上常见原料,以及本领域技术人员所熟知的技术手段。

[0023] 本发明中的词语“优选的”、“优选地”、“更优选的”等是指,在某些情况下可提供某些有益效果的本发明实施方案。然而,在相同的情况下或其他情况下,其他实施方案也可能是优选的。此外,对一个或多个优选实施方案的表述并不暗示其他实施方案不可用,也并非旨在将其他实施方案排除在本发明的范围之外。

[0024] 应当理解,除了在任何操作实例中,或者以其他方式指出的情况下,表示例如说明书和权利要求中使用的成分的量的所有数字应被理解为在所有情况下被术语“约”修饰。因此,除非相反指出,否则在以下说明书和所附权利要求中阐述的数值参数是根据本发明所要获得的期望性能而变化的近似值。

[0025] 本发明中所述的“上、下”的含义指的是阅读者正对附图时,阅读者的上方即为上,阅读者的下方即为下,而非对本发明的装置机构的特定限定。

[0026] 当部件、元件或层被称为“位于”、“结合至”、“连接至”或“联接至”另一元件或层

时,其可直接位于、结合至、连接至或联接至该另一部件、元件或层,或可存在中间元件或中间层。相反,当元件被称为“直接位于”、“直接结合至”、“直接连接至”或“直接联接至”另一元件或层时,可能不存在中间元件或中间层。其他用于描述元件之间的关系词语应当以类似的方式来进行解释(例如,“在.....之间”与“直接在.....之间”、“邻近”与“直接邻近”等)。本文所用术语“和/或”包括相关联的列出项中的一个或多个的任何和所有组合。

#### [0027] 实施例1

一种全氯甲硫醇的制备工艺,包括如下装置:氯气缓冲罐、二硫化碳中间罐、氯化反应器、萃取釜、爆破吸收罐、冷凝器、循环泵;

其中,氯气缓冲罐的出料口与氯化反应器的进料口相连,二硫化碳中间罐的出料口通过循环泵与氯化反应器的进料口相连,氯化反应器底部通过循环泵与冷凝器相连,氯化反应器上部与爆破吸收罐相连,氯化反应器的出料口与萃取釜相连;

所述全氯甲硫醇的制备工艺包括如下步骤:

S1. 将387 mL工业盐酸溶液(浓度为31%)和1200mL水加入氯化反应器(10 L)中,开启循环泵;

S2. 将二硫化碳和氯气连续通入氯化反应器中,二硫化碳通入量为0.32 g/s,氯气通入量为1.5 g/s,同时打开冷盐水阀门控制氯化反应器温度为20℃;

S3. 反应24 h后,当氯化反应器中液体密度大于1.65,同时液面到达1800mL时,开启放料阀门,液面到达1200mL后关闭放料阀门,并补加400 mL水;

S4. 放料阀门流出液体进入萃取釜中,静置后,分离下层液,得到淡黄色液体收集至计量储瓶内,即为产物。

[0028] 图1示出了本发明的全氯甲硫醇的制备工艺流程图;

附图标记:1-氯气缓冲罐;2-二硫化碳中间罐;3-氯化反应器;4-萃取釜;5-爆破吸收罐;6-冷凝器;7-循环泵。

#### [0029] 实施例2

一种全氯甲硫醇的制备工艺,包括如下装置:氯气缓冲罐、二硫化碳中间罐、氯化反应器、萃取釜、爆破吸收罐、冷凝器、循环泵;

其中,氯气缓冲罐的出料口与氯化反应器的进料口相连,二硫化碳中间罐的出料口通过循环泵与氯化反应器的进料口相连,氯化反应器底部通过循环泵与冷凝器相连,氯化反应器上部与爆破吸收罐相连,氯化反应器的出料口与萃取釜相连;

所述全氯甲硫醇的制备工艺包括如下步骤:

S1. 将120 L工业盐酸溶液(浓度为31%)和1360 L水加入氯化反应器(3000 L)中,开启循环泵;

S2. 将二硫化碳和氯气连续通入氯化反应器中,二硫化碳通入量为96 g/s,氯气通入量为450 g/s,同时打开冷盐水阀门控制氯化反应器温度为20℃;

S3. 反应24 h后,当氯化反应器中液体密度大于1.65,同时液面到达2000L时,开启放料阀门,液面到达1200L后关闭放料阀门,并补加200 L水;

S4. 放料阀门流出液体进入萃取釜中,静置后,分离下层液,得到淡黄色液体收集至计量储瓶内,即为产物。

#### [0030] 测试例

测试方法：

对实施例1-2的全氯甲硫醇的制备工艺进行性能分析,统计连续生产24 h的反应物消耗量、全氯甲硫醇产量并计算收率。收率=产品实际质量/产品理论质量。

[0031] 测试结果如表1所示。

[0032] 表1 全氯甲硫醇的制备工艺性能测试结果

	时间 (h)	氯气消耗 (kg)	二硫化 碳消耗 (kg)	全氯甲 硫醇产 量(kg)	收率 (%)
实施例 1	0-24	129.6	27.648	64.967	96.02
实施例 2	0-24	38880	8294.4	19727	96.90

根据表1可以得出,本发明的全氯甲硫醇的制备工艺其收率可达96%以上,减少了反应物的损耗和浪费,并减少了副产物的生成,有效提高了收率,同时安全、便捷、成本低,能够持续生产,具有显著的进步,应用前景十分良好。

[0033] 对于本领域技术人员而言,显然本发明不限于上述示范性实施例的细节,而且在不背离本发明的精神或基本特征的情况下,能够以其他的具体形式实现本发明。因此,无论从哪一点来看,均应将实施例看作是示范性的,而且是非限制性的,本发明的范围由所附权利要求而不是上述说明限定,因此旨在将落在权利要求的等同要件的含义和范围内的所有变化囊括在本发明内。

[0034] 此外,应当理解,虽然本说明书按照实施方式加以描述,但并非每个实施方式仅包含一个独立的技术方案,说明书的这种叙述方式仅仅是为清楚起见,本领域技术人员应当将说明书作为一个整体,各实施例中的技术方案也可以经适当组合,形成本领域技术人员可以理解的其他实施方式。

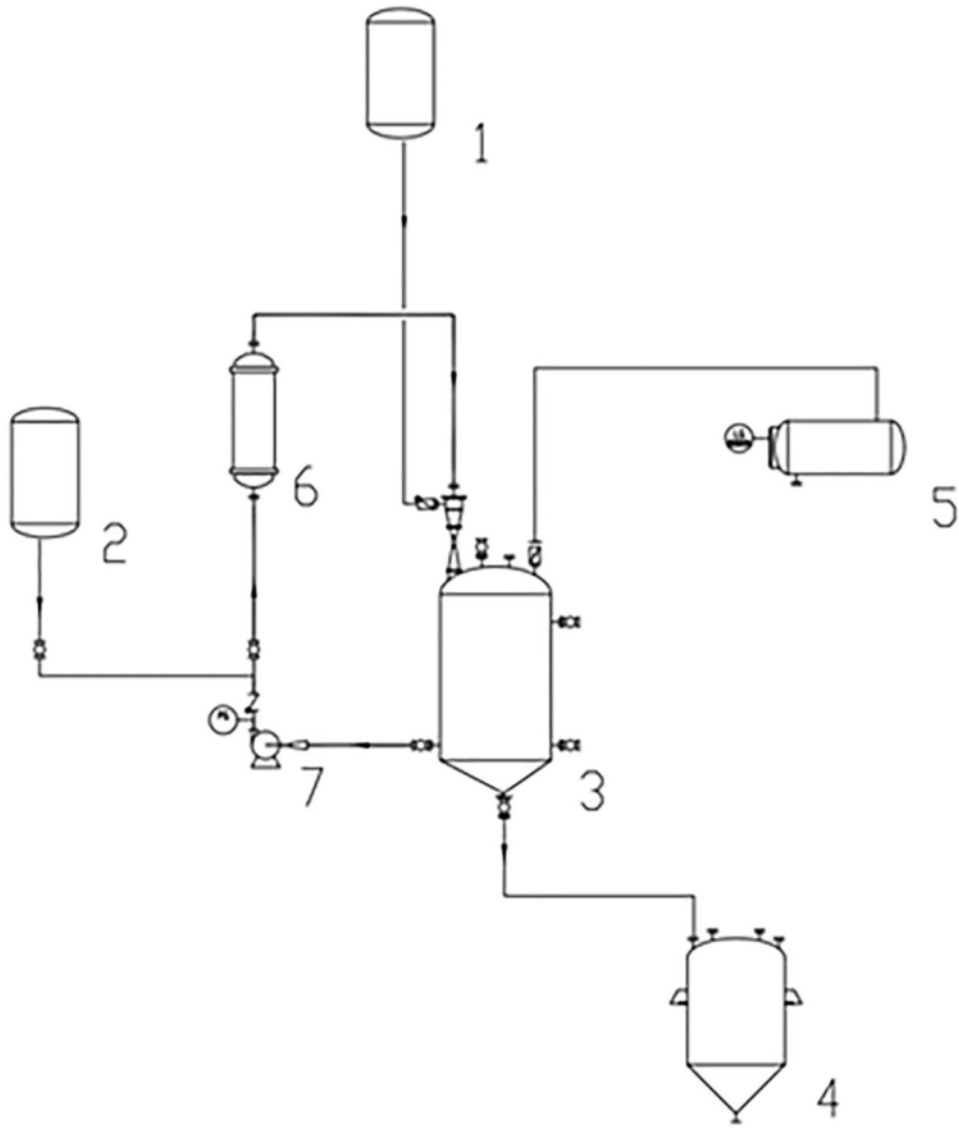


图1