



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 105254583 A

(43) 申请公布日 2016. 01. 20

(21) 申请号 201510804779. 7

(22) 申请日 2015. 11. 20

(71) 申请人 河北德瑞化工有限公司

地址 052160 河北省石家庄市藁城区新区 1
号路 1 号

(72) 发明人 宋建华 史三冬 柳海营 周梁

(74) 专利代理机构 石家庄国为知识产权事务所
13120

代理人 米文智

(51) Int. Cl.

C07D 277/32(2006. 01)

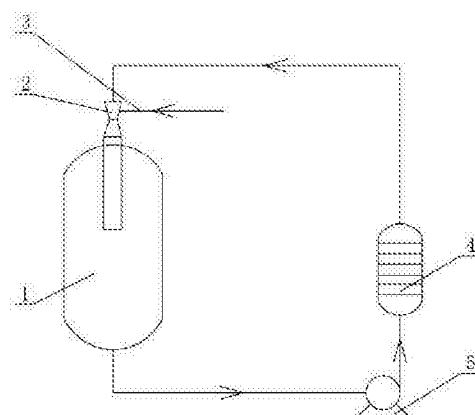
权利要求书1页 说明书5页 附图1页

(54) 发明名称

利用喷射环流反应器制备 2-氯-5-氯甲基噻唑的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种利用喷射环流反应器制备 2-氯-5-氯甲基噻唑的方法，涉及 2-氯-5-氯甲基噻唑合成技术领域。喷射环流反应器包括喷射器，喷射器装在反应釜上部，反应釜下部出口与循环泵进口相通，循环泵出口与换热器进口相通，换热器出口与喷射器顶部入口相通，喷射器侧面设有进气管；1-异硫氰酸基-2-氯-2-丙烯溶解在惰性有机溶剂中配成液相物料，加入反应釜，经循环泵、换热器后从喷射器顶部入口进入；氯气经进气管进入喷射器与液相物料混合，混合后物料经反应釜、循环泵、换热器后回到喷射器顶部入口，循环反应至通氯气结束，后处理得到 2-氯-5-氯甲基噻唑产品。本发明收率高，反应温度易于控制，固废少，生产效率高。



1. 一种利用喷射环流反应器制备 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑的方法，其特征在于，包括以下步骤：

一、采用喷射环流反应器，所述喷射环流反应器包括反应釜(1)、喷射器(2)、进气管(3)、换热器(4)和循环泵(5)，所述喷射器(2)安装在反应釜(1)的上部，反应釜(1)的下部出口通过管道与循环泵(5)的进口相连通，循环泵(5)的出口通过管道与换热器(4)的进口相连通，换热器(4)的出口通过管道与喷射器(2)的顶部入口相连通，喷射器(2)的侧面设有进气管(3)，进气管(3)上设有进气阀门；

二、将 1- 异硫氰酸基 -2- 氯 -2- 丙烯溶解在惰性有机溶剂中配成液相物料，加入到反应釜(1)中，开启循环泵(5)，液相物料经过循环泵(5)加压、换热器(4)换热控温并从喷射器(2)的顶部入口进入；开启进气阀门，气态氯气经过进气管(3)进入喷射器(2)与液相物料进行混合并反应，混合并反应后的物料经过反应釜(1)、循环泵(5)、换热器(4)后回到喷射器(2)的顶部入口，氯气按比例通入，循环反应至通氯气结束后，获得含有 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑的溶液；

三、经后处理脱溶、精制后得到合格的 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑产品。

2. 根据权利要求 1 所述的利用喷射环流反应器制备 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑的方法，其特征在于，喷射器(2)为射流式的文丘里喷射器。

3. 根据权利要求 1 所述的利用喷射环流反应器制备 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑的方法，其特征在于，换热器(4)为带夹套的釜式换热器、板式换热器或列管式换热器中的一种或二种以上的组合。

4. 根据权利要求 1 所述的利用喷射环流反应器制备 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑的方法，其特征在于，1- 异硫氰酸基 -2- 氯 -2- 丙烯溶解在惰性有机溶剂中配成质量浓度为 5%~70% 的液相物料。

5. 根据权利要求 1 所述的利用喷射环流反应器制备 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑的方法，其特征在于，反应温度为 0~65℃。

6. 根据权利要求 5 所述的利用喷射环流反应器制备 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑的方法，其特征在于，反应温度为 10~55℃。

7. 根据权利要求 1 利用喷射环流反应器制备 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑的方法，其特征在于，所述比例为：1- 异硫氰酸基 -2- 氯 -2- 丙烯与氯气的最终摩尔比为 1:1~1.2。

8. 根据权利要求 7 所述的利用喷射环流反应器制备 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑的方法，其特征在于，1- 异硫氰酸基 -2- 氯 -2- 丙烯与氯气的最终摩尔比为 1:1~1.1。

9. 根据权利要求 1 所述的利用喷射环流反应器制备 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑的方法，其特征在于，惰性有机溶剂选自于甲苯、乙腈、DMF、氯苯、1, 2- 二氯乙烷，三氯甲烷，二氯甲烷中的一种或二种以上的混合物。

10. 根据权利要求 1 所述的利用喷射环流反应器制备 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑的方法，其特征在于，后处理脱溶为减压脱除惰性有机溶剂，精制为减压精馏或减压蒸馏。

利用喷射环流反应器制备 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑合成技术领域。

背景技术

[0002] 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑 (2-Chloro-5-chloromethylthiazole) 是生产噻虫嗪、噻虫胺、呋虫胺和医药等产品的重要中间体。

[0003] 根据 CN00811445, CN01809972, CN96117934, CN97109983, CN200410056641, CN200780002281, CN201410045648, CN201410045781, CN201410098099-2, CN201410308830 等文献所述。目前有多种途径可以合成 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑, 根据所用原料不同, 主要分为以下几种:

(1) 1- 异硫氰酸基 -2- 丙烯氯化法 : 将氯气 (或能产生氯气的化合物, 如硫酰氯) 和 1- 异硫氰酸基 -2- 丙烯的氯仿溶液同时注入到回流的氯仿中反应。该反应需要大量过量的氯气, 副反应较多, 粗品纯度为 41.1%, 简单蒸馏后的纯度也仅为 47.8%, 收率 50.4%。需通过精馏才能得到纯品。虽然这个合成方法过程简单, 但是通入大量的氯气容易造成污染, 成本的浪费, 而且产物的收率很低, 副产物较多。

[0004] (2) 1- 异硫氰酸基 -2- 氯 -2- 丙烯氯化法 : 在冰浴 (或水浴) 冷却下往 1- 异硫氰酸基 -2- 氯 -2- 丙烯的氯仿溶液中通入氯气, 然后温度控制 40℃ 以下反应, 直至放热停止。这一方法要使用大量过量氯气, 在工业化生产时, 如果是釜式反应器气液混合均匀度差, 副反应较多, 固废多, 收率低仅有 50-65%; 同时, 对反应温度的控制要求很高, 而且, 反应过程中, 大量放热, 在工业生产过程中很难控制。

[0005] (3) 1- 异硫氰酸基 -2- 氯 -2- 丙烯氯化法 : 在冰浴 (或水浴) 冷却下往 1- 异硫氰酸基 -2- 氯 -2- 丙烯的氯仿溶液中滴加硫酰氯, 然后温度控制 80℃ 以下反应, 直至 HCl 和 SO₂ 放尽后停止。这一方法的优点是副反应相对较少, 经蒸馏后纯度可达到 98% 以上, 收率 80%。但在工业生产中产生大量的废酸和 SO₂ 很难处理。

[0006] (4) 5- 亚甲基 -1,3- 噻唑烷 -2- 硫酮氯化法 : 用氯气或硫酰氯对 5- 亚甲基 -1,3- 噻唑烷 -2- 硫酮进行氯化, 能以较好的收率和纯度 (收率 72%) 得到 2- 氯 -5- 氯甲基 -1,3- 噻唑。但生产工艺复杂, 成本高。

[0007] 上述反应中都或多或少地存在一些不足, 例如 :1- 异硫氰酸基 -2- 丙烯氯化法, 反应过程中副反应较多, 同时, 对反应温度的控制要求很高, 而且, 反应过程中, 大量放热, 在工业生产过程中很难控制。

发明内容

[0008] 本发明要解决的技术问题是提供一种利用喷射环流反应器制备 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑的方法, 该方法收率高, 反应温度易于控制, 副反应少, 固废少, 生产效率高, 适合工业生产。

[0009] 为解决上述技术问题, 本发明所采取的技术方案是 : 一种利用喷射环流反应器制

备 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑的方法,包括以下步骤 :

一、采用喷射环流反应器,喷射环流反应器包括反应釜、喷射器、进气管、换热器和循环泵,喷射器安装在反应釜的上部,反应釜的下部出口通过管道与循环泵的进口相连通,循环泵的出口通过管道与换热器的进口相连通,换热器的出口通过管道与喷射器的顶部入口相连通,喷射器的侧面设有进气管,进气管上设有进气阀门;

二、将 1- 异硫氰酸基 -2- 氯 -2- 丙烯溶解在惰性有机溶剂中配成液相物料,加入到反应釜中,开启循环泵,液相物料经过循环泵加压、换热器换热控温并从喷射器的顶部入口进入;开启进气阀门,气态氯气经过进气管进入喷射器与液相物料进行混合并反应,混合并反应后的物料经过反应釜、循环泵、换热器后回到喷射器的顶部入口,氯气按比例通入,循环反应至通氯气结束后,获得含有 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑的溶液;

三、经后处理脱溶、精制后得到合格的 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑产品。

[0010] 优选的,喷射器为射流式的文丘里喷射器。

[0011] 优选的,换热器为带夹套的釜式换热器、板式换热器或列管式换热器中的一种或二种以上的组合。

[0012] 优选的,1- 异硫氰酸基 -2- 氯 -2- 丙烯溶解在惰性有机溶剂中配成质量浓度为 5%~70% 的液相物料。

[0013] 优选的,反应温度为 0~65℃。

[0014] 进一步优选的,反应温度为 10~55℃。

[0015] 优选的,比例为 :1- 异硫氰酸基 -2- 氯 -2- 丙烯与氯气的最终摩尔比为 1:1~1.2。

[0016] 进一步优选的,1- 异硫氰酸基 -2- 氯 -2- 丙烯与氯气的最终摩尔比为 1:1~1.1。

[0017] 优选的,惰性有机溶剂选自于甲苯、乙腈、DMF、氯苯、1, 2- 二氯乙烷, 三氯甲烷, 二氯甲烷中的一种或二种以上的混合物。

[0018] 优选的,后处理脱溶为减压脱除惰性有机溶剂,精制为减压精馏或减压蒸馏。

[0019] 现有 1- 异硫氰酸基 -2- 氯 -2- 丙烯、氯气工艺的液体物料混合效率低,均匀度差,收率低;同时,对反应温度的控制要求很高,而且,反应过程中,大量放热,在工业生产过程中很难控制。

[0020] 快速有效的混合对于氯化法生产 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑是至关重要的。本发明使用喷射环流反应器,其内部形成的液相射流对气体具有强烈的卷吸破碎作用,能提高气、液原料间的混合效率,可以增加单位时间的通氯量,缩短通氯时间,降低 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑生产成本和 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑生产能力,同时,由于提高了物料间的混合、扩散、传质效率,使反应生成物收率提高,比搅拌釜反应器收率提高 10%~16%。通过换热器对反应物料进行控温,且由于本方法要求的反应温度区间广,反应温度易于控制。

[0021] 采用上述技术方案所产生的有益效果在于:本发明方法收率高,反应温度易于控制,副反应少,固废少,生产效率高,适合工业生产,比搅拌釜反应器收率提高 10%~16%。

附图说明

[0022] 下面结合附图和具体实施方式对本发明作进一步详细的说明;

图 1 是本发明喷射环流反应器的结构示意图;

图中,1、反应釜;2、喷射器;3、进气管;4、换热器;5、循环泵。

具体实施方式

[0023] 本发明的实施例仅说明本发明实施的具体情况，并不限定本实施例。

[0024] 实施例 1

一种利用喷射环流反应器制备 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑的方法，包括以下步骤：

一、采用喷射环流反应器，见图 1 所示，喷射环流反应器包括反应釜 1、喷射器 2、进气管 3、换热器 4 和循环泵 5，喷射器 2 安装在反应釜 1 的上部，反应釜 1 的下部出口通过管道与循环泵 5 的进口相连通，循环泵 5 的出口通过管道与换热器 4 的进口相连通，换热器 4 的出口通过管道与喷射器 2 的顶部入口相连通，喷射器 2 的侧面设有进气管 3，进气管 3 上设有进气阀门。喷射器 2 为射流式的文丘里喷射器。换热器 4 为带夹套的釜式换热器。

[0025] 二、将 1- 异硫氰酸基 -2- 氯 -2- 丙烯溶解在乙腈中配成质量浓度为 40% 的液相物料，加入到反应釜 1 中，开启循环泵 5，液相物料经过循环泵 5 加压、换热器 4 换热控温并从喷射器 2 的顶部入口进入；开启进气阀门，气态氯气经过进气管 3 进入喷射器 2 与液相物料进行混合并反应，混合并反应后的物料经过反应釜 1、循环泵 5、换热器 4 后回到喷射器 2 的顶部入口，循环反应，根据 1- 异硫氰酸基 -2- 氯 -2- 丙烯的投料的质量份数，计算氯气的通气总量，反应温度 10-55℃；当氯气总摩尔数 :1- 异硫氰酸基 -2- 氯 -2- 丙烯的摩尔数达到 1.02:1 时，停止通氯气，关闭循环泵 5，获得含有 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑的乙腈溶液。

[0026] 三、经后处理减压脱除乙腈得 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑粗品，粗品减压精馏后得到合格的 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑产品，GC 归一含量 99.3%，收率 86%（以 1- 异硫氰酸基 -2- 氯 -2- 丙烯计算）。

[0027] 实施例 2

一种利用喷射环流反应器制备 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑的方法，包括以下步骤：

一、采用喷射环流反应器，喷射环流反应器与实施例 1 的区别在于换热器 4 为板式换热器。

[0028] 二、将 1- 异硫氰酸基 -2- 氯 -2- 丙烯溶解在 1,2- 二氯乙烷中配成质量浓度为 40% 的液相物料，加入到反应釜 1 中，开启循环泵 5，液相物料经过循环泵 5 加压、换热器 4 换热控温并从喷射器 2 的顶部入口进入；开启进气阀门，气态氯气经过进气管 3 进入喷射器 2 与液相物料进行混合并反应，混合并反应后的物料经过反应釜 1、循环泵 5、换热器 4 后回到喷射器 2 的顶部入口，循环反应，根据 1- 异硫氰酸基 -2- 氯 -2- 丙烯的投料的质量份数，计算氯气的通气总量，反应温度 10-55℃；当氯气总摩尔数 :1- 异硫氰酸基 -2- 氯 -2- 丙烯的摩尔数达到 1.05:1 时，停止通氯气，关闭循环泵 5，获得含有 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑的 1,2- 二氯乙烷溶液。

[0029] 三、经后处理减压脱除 1,2- 二氯乙烷得 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑粗品，粗品减压精馏后得到合格的 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑产品，GC 归一含量 99%，收率 79%（以 1- 异硫氰酸基 -2- 氯 -2- 丙烯计算）。

[0030] 实施例 3

一种利用喷射环流反应器制备 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑的方法，包括以下步骤：

一、采用喷射环流反应器，喷射环流反应器与实施例 1 的区别在于换热器 4 为列管式换热器。

[0031] 二、将 1- 异硫氰酸基 -2- 氯 -2- 丙烯溶解在二氯甲烷中配成质量浓度为 70% 的液相物料, 加入到反应釜 1 中, 开启循环泵 5, 液相物料经过循环泵 5 加压、换热器 4 换热控温并从喷射器 2 的顶部入口进入; 开启进气阀门, 气态氯气经过进气管 3 进入喷射器 2 与液相物料进行混合并反应, 混合并反应后的物料经过反应釜 1、循环泵 5、换热器 4 后回到喷射器 2 的顶部入口, 循环反应, 根据 1- 异硫氰酸基 -2- 氯 -2- 丙烯的投料的质量份数, 计算氯气的通气总量, 反应温度 20~65℃; 当氯气总摩尔数 :1- 异硫氰酸基 -2- 氯 -2- 丙烯的摩尔数达到 1.1:1 时, 停止通氯气, 关闭循环泵 5, 获得含有 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑的二氯甲烷溶液。

[0032] 三、经后处理减压脱除二氯甲烷得 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑粗品, 粗品减压蒸馏后得到合格的 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑产品, GC 归一含量 98.3%, 收率 78% (以 1- 异硫氰酸基 -2- 氯 -2- 丙烯计算)。

[0033] 实施例 4

一种利用喷射环流反应器制备 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑的方法, 包括以下步骤:

一、采用喷射环流反应器, 喷射环流反应器同实施例。

[0034] 二、将 1- 异硫氰酸基 -2- 氯 -2- 丙烯溶解在甲苯中配成质量浓度为 5% 的液相物料, 加入到反应釜 1 中, 开启循环泵 5, 液相物料经过循环泵 5 加压、换热器 4 换热控温并从喷射器 2 的顶部入口进入; 开启进气阀门, 气态氯气经过进气管 3 进入喷射器 2 与液相物料进行混合并反应, 混合并反应后的物料经过反应釜 1、循环泵 5、换热器 4 后回到喷射器 2 的顶部入口, 循环反应, 根据 1- 异硫氰酸基 -2- 氯 -2- 丙烯的投料的质量份数, 计算氯气的通气总量, 反应温度 0~45℃; 当氯气总摩尔数 :1- 异硫氰酸基 -2- 氯 -2- 丙烯的摩尔数达到 1:1 时, 停止通氯气, 关闭循环泵 5, 获得含有 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑的甲苯溶液。

[0035] 三、经后处理减压脱除甲苯得 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑粗品, 粗品减压蒸馏后得到合格的 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑产品, GC 归一含量 98%, 收率 80% (以 1- 异硫氰酸基 -2- 氯 -2- 丙烯计算)。

[0036] 实施例 5

一种利用喷射环流反应器制备 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑的方法, 包括以下步骤:

一、采用喷射环流反应器, 喷射环流反应器同实施例 2。

[0037] 二、将 1- 异硫氰酸基 -2- 氯 -2- 丙烯溶解在 DMF 中配成质量浓度为 15% 的液相物料, 加入到反应釜 1 中, 开启循环泵 5, 液相物料经过循环泵 5 加压、换热器 4 换热控温并从喷射器 2 的顶部入口进入; 开启进气阀门, 气态氯气经过进气管 3 进入喷射器 2 与液相物料进行混合并反应, 混合并反应后的物料经过反应釜 1、循环泵 5、换热器 4 后回到喷射器 2 的顶部入口, 循环反应, 根据 1- 异硫氰酸基 -2- 氯 -2- 丙烯的投料的质量份数, 计算氯气的通气总量, 反应温度 30~55℃; 当氯气总摩尔数 :1- 异硫氰酸基 -2- 氯 -2- 丙烯的摩尔数达到 1.2:1 时, 停止通氯气, 关闭循环泵 5, 获得含有 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑的 DMF 溶液。

[0038] 三、经后处理减压脱除 DMF 得 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑粗品, 粗品减压精馏后得到合格的 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑产品, GC 归一含量 98.6%, 收率 81% (以 1- 异硫氰酸基 -2- 氯 -2- 丙烯计算)。

[0039] 实施例 6

一种利用喷射环流反应器制备 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑的方法, 包括以下步骤:

一、采用喷射环流反应器，喷射环流反应器同实施例 2。

[0040] 二、将 1- 异硫氰酸基 -2- 氯 -2- 丙烯溶解在氯苯中配成质量浓度为 25% 的液相物料，加入到反应釜 1 中，开启循环泵 5，液相物料经过循环泵 5 加压、换热器 4 换热控温并从喷射器 2 的顶部入口进入；开启进气阀门，气态氯气经过进气管 3 进入喷射器 2 与液相物料进行混合并反应，混合并反应后的物料经过反应釜 1、循环泵 5、换热器 4 后回到喷射器 2 的顶部入口，循环反应，根据 1- 异硫氰酸基 -2- 氯 -2- 丙烯的投料的质量份数，计算氯气的通气总量，反应温度 10-30℃；当氯气总摩尔数 :1- 异硫氰酸基 -2- 氯 -2- 丙烯的摩尔数达到 1.15:1 时，停止通氯气，关闭循环泵 5，获得含有 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑的氯苯溶液。

[0041] 三、经后处理减压脱除氯苯得 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑粗品，粗品减压精馏后得到合格的 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑产品，GC 归一含量 98%，收率 78%（以 1- 异硫氰酸基 -2- 氯 -2- 丙烯计算）。

[0042] 实施例 7

一种利用喷射环流反应器制备 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑的方法，包括以下步骤：

一、采用喷射环流反应器，喷射环流反应器同实施例 3。

[0043] 二、将 1- 异硫氰酸基 -2- 氯 -2- 丙烯溶解在三氯甲烷中配成质量浓度为 55% 的液相物料，加入到反应釜 1 中，开启循环泵 5，液相物料经过循环泵 5 加压、换热器 4 换热控温并后从喷射器 2 的顶部入口进入；开启进气阀门，气态氯气经过进气管 3 进入喷射器 2 与液相物料进行混合并反应，混合并反应后的物料经过反应釜 1、循环泵 5、换热器 4 后回到喷射器 2 的顶部入口，循环反应，根据 1- 异硫氰酸基 -2- 氯 -2- 丙烯的投料的质量份数，计算氯气的通气总量，反应温度 20-40℃；当氯气总摩尔数 :1- 异硫氰酸基 -2- 氯 -2- 丙烯的摩尔数达到 1.08:1 时，停止通氯气，关闭循环泵 5，获得含有 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑的三氯甲烷溶液。

[0044] 三、经后处理减压脱除三氯甲烷得 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑粗品，粗品减压精馏后得到合格的 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑产品，GC 归一含量 98.7%，收率 79%（以 1- 异硫氰酸基 -2- 氯 -2- 丙烯计算）。

[0045] 实施例 8

一种利用喷射环流反应器制备 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑的方法，包括以下步骤：

一、采用喷射环流反应器，喷射环流反应器同实施例 3。

[0046] 二、将 1- 异硫氰酸基 -2- 氯 -2- 丙烯溶解在三氯甲烷和 1, 2- 二氯乙烷中配成质量浓度为 50% 的液相物料，加入到反应釜 1 中，开启循环泵 5，液相物料经过循环泵 5 加压、换热器 4 换热控温并后从喷射器 2 的顶部入口进入；开启进气阀门，气态氯气经过进气管 3 进入喷射器 2 与液相物料进行混合并反应，混合并反应后的物料经过反应釜 1、循环泵 5、换热器 4 后回到喷射器 2 的顶部入口，循环反应，根据 1- 异硫氰酸基 -2- 氯 -2- 丙烯的投料的质量份数，计算氯气的通气总量，反应温度 55-65℃；当氯气总摩尔数 :1- 异硫氰酸基 -2- 氯 -2- 丙烯的摩尔数达到 1.12:1 时，停止通氯气，关闭循环泵 5，获得含有 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑的三氯甲烷和 1, 2- 二氯乙烷混合溶液。

[0047] 三、经后处理减压脱除三氯甲烷和 1, 2- 二氯乙烷得 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑粗品，粗品减压精馏后得到合格的 2- 氯 -5- 氯甲基噻唑产品，GC 归一含量 98.6%，收率 82%（以 1- 异硫氰酸基 -2- 氯 -2- 丙烯计算）。

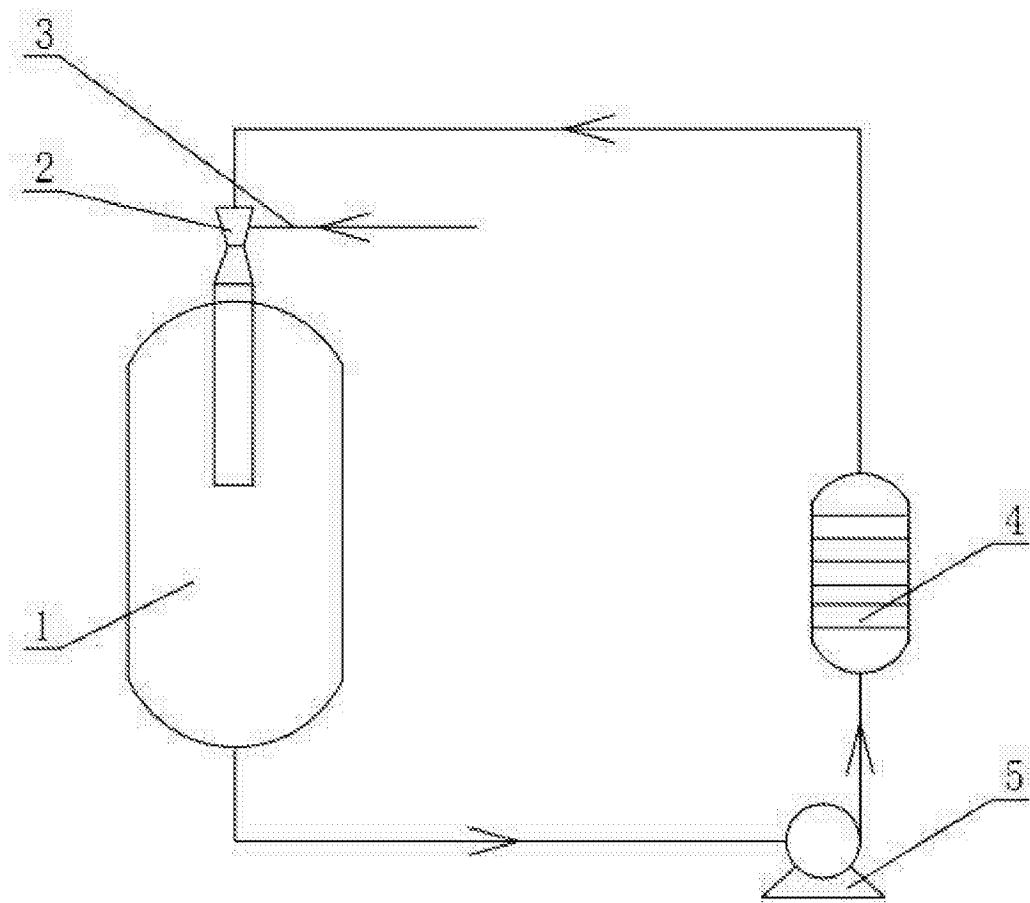


图 1