



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 101693700 A

(43) 申请公布日 2010. 04. 14

(21) 申请号 200910035872. 0

(22) 申请日 2009. 10. 09

(71) 申请人 江苏长青农化股份有限公司

地址 225200 江苏省江都市浦头镇江灵路 1
号

(72) 发明人 于国权 吕良忠 王建荣 吉志扬

(74) 专利代理机构 扬州市锦江专利事务所
32106

代理人 江平

(51) Int. Cl.

C07D 277/68 (2006. 01)

B01J 27/08 (2006. 01)

权利要求书 1 页 说明书 1 页

(54) 发明名称

一种草除灵的合成方法

(57) 摘要

一种草除灵的合成方法, 涉及农用除草剂草除灵的生产工艺技术领域, 本发明采用低温法, 同时加入催化剂, 反应温度由 90 ~ 95℃降至 60 ~ 65℃控制副产物的生成, 提高生产安全性, 含量达到 98%, 总收率大于 80%。

1. 一种草除灵的合成方法,将苯并噻唑酮、碳酸钾和氯乙酸乙酯投入反应釜中反应,其特征在于在反应时加入催化剂碘化钾,反应温度为 $60 \sim 65^{\circ}\text{C}$,经水洗后冷却,得到草除灵。

2. 根据权利要求 1 所述草除灵的合成方法,其特征在于加入的催化剂碘化钾与苯并噻唑酮的质量比为 $4 \sim 6 : 100$ 。

一种草除灵的合成方法

技术领域

[0001] 本发明涉及农用除草剂草除灵的合成工艺技术领域。

背景技术

[0002] 草除灵是一种广泛用于油菜田除草剂,目前报道将苯并噻唑酮、碳酸钾、氯乙酸乙酯反应得到草除灵,反应温度在 90 ~ 95℃ 范围内,总收率只有 60%,含量达到 96%。由于现有的草除灵生产工艺的高耗能、收率低,不利于降低销售成本,影响了推广使用。

发明内容

[0003] 本发明目的在于发明一种提高反应收率、提高反应物含量的草除灵的合成方法。

[0004] 本发明将苯并噻唑酮、碳酸钾、氯乙酸乙酯和催化剂碘化钾投入反应釜中反应,反应温度为 60 ~ 65℃,经水洗后冷却,得到草除灵。

[0005] 本发明以碘化钾作为催化剂,将苯并噻唑酮、碳酸钾和氯乙酸乙酯进行反应,反应温度由 90 ~ 95℃ 降至 60 ~ 65℃,可控制副产物的生成,提高生产安全性,含量达到 98%,总收率大于 80%,本发明耗能低,利于节约生产。

[0006] 本发明中加入催化剂碘化钾与苯并噻唑酮的质量比为 4 ~ 6 : 100,合适的催化剂的加入量,不但不会给生产造成成本增加,而且可以达到设计目的。

[0007] 本发明先投入苯并噻唑酮、碳酸钾、氯乙酸乙酯、催化剂碘化钾,在充分搅拌下,温度升至 60 ~ 65℃,保温反应,反应结束后水洗,得到草除灵。

具体实施方式

[0008] 例 1:在 1000mL 的三口烧瓶中加入苯并噻唑酮 94.8 克 (0.5mol),碳酸钾 77 克,氯乙酸乙酯 400 克,碘化钾 6 克,搅拌 30 分钟,加热至 60 ~ 65℃,保温反应 4 小时,检测反应体系中苯并噻唑酮的质量浓度小于 0.3%,终止反应,水洗、烘干得草除灵 131 克,收率 95%,含量 98.5%。

[0009] 例 2:在 1000mL 的三口烧瓶中加入苯并噻唑酮 94.8 克 (0.5mol),碳酸钾 77 克,氯乙酸乙酯 400 克,碘化钾 5 克,搅拌 30 分钟,加热至 60 ~ 65℃,反应 5 小时,检测反应体系中苯并噻唑酮的质量浓度小于 0.3%,终止反应,水洗、烘干得草除灵 132 克,收率 95.5%,含量 98.3%。

[0010] 例 3:在 1000mL 的三口烧瓶中加入苯并噻唑酮 94.8 克 (0.5mol),碳酸钾 77 克,氯乙酸乙酯 400 克,碘化钾 4 克,搅拌 30 分钟,加热至 60 ~ 65℃,反应 6 小时,检测反应体系中苯并噻唑酮的质量浓度小于 0.3%,终止反应,水洗、烘干得草除灵 131 克,收率 95.1%,含量 98.6%。

[0011] 例 4:在 1000mL 的三口烧瓶中加入苯并噻唑酮 94.8 克 (0.5mol),碳酸钾 77 克,氯乙酸乙酯 400 克,搅拌 30 分钟,加热至 80 ~ 85℃,反应 6 小时,检测反应体系中苯并噻唑酮的质量浓度小于 0.3%,终止反应,水洗、烘干得草除灵 129 克,收率 92.1%,含量 95.6%。