(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 112827445 A
(43)申请公布日 2021.05.25

(21)申请号 202011560420.7

(22)申请日 2020.12.25

(71)申请人 安道麦安邦(江苏)有限公司
地址 223001 江苏省淮安市化工路30号

(72)发明人 姚修宇 范锦龙 杨玉坤 李卫
葛喜乐 陈建国 姜育田 朱学军
唐素荣 万金方 于同锋

(74)专利代理机构 南京苏博知识产权代理事务所(普通合伙) 32411
代理人 伍兵

(51)Int.Cl.
B01J 19/18(2006.01)
C07C 335/08(2006.01)
B01J 19/00(2006.01)

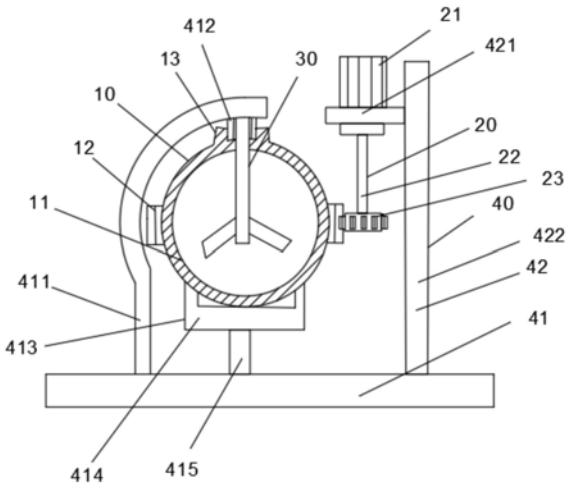
权利要求书1页 说明书4页 附图2页

(54)发明名称

降低噻嗪酮杂质的生产方法及设备

(57)摘要

本发明公开了一种降低噻嗪酮杂质的设备，包括釜体、动力轴承、搅拌轴和支撑架，动力轴承包括电机、驱动轴和转子，转子与釜体相啮合，一种降低噻嗪酮杂质的设备的生产方法，包括如下步骤：将异硫氰叔丁酯置于干燥反应釜中，升温，抽真空减压保温搅拌，在现有技术的基础上，改进除去杂质的生产设备，从而有效提升釜体的搅拌稳定性，进而便于将M291杂质除去，以提升中间体1-异丙基-3-叔丁基硫脲的产率，并改进工艺方法，通过简单的工艺操作，达到控制杂质M291，以使之契合生产的目的。



CN 112827445 A

1.降低噻嗪酮杂质的设备，其特征在于，包括釜体、动力轴承、搅拌轴和支撑架，所述釜体与所述动力轴承配合，并设置于所述搅拌轴的外周侧，所述搅拌轴贯穿所述釜体与所述支撑架固定连接，所述动力轴承与所述支撑架固定连接，并设置于所述支撑架的内部，所述动力轴承包括电机、驱动轴和转子，所述电机设置于所述支撑架的上侧，并与所述驱动轴的上侧通过减速机连接，所述转子设置于所述驱动轴的下侧，并与所述釜体相啮合。

2.如权利要求1所述的降低噻嗪酮杂质的设备，其特征在于，所述转子包括外啮合齿、设有连接孔的连接座和连接栓，所述连接座设置于所述搅拌轴的下侧，所述连接孔贯穿所述连接座，并与所述驱动轴契合，所述外啮合齿设置于所述连接座的外周侧，并与所述釜体啮合，所述连接栓则贯穿所述连接座与所述驱动轴抵接。

3.如权利要求1所述的降低噻嗪酮杂质的设备，其特征在于，所述支撑架包括底座和固定架，所述底座设置于所述釜体的外周侧，所述固定架设置于所述底座的上侧，并与所述搅拌轴固定连接。

4.如权利要求3所述的降低噻嗪酮杂质的设备，其特征在于，所述底座包括弧形架、滚动轴和转动盘，所述弧形架设置于所述釜体的外周侧，并通过所述滚动轴与所述釜体滚动连接，所述转动盘设置于所述底座的下侧，并与所述底座转动连接。

5.如权利要求4所述的降低噻嗪酮杂质的设备，其特征在于，所述固定架包括固定板和支撑柱，所述固定板设置于所述支撑柱的上侧，并与所述电机固定连接。

6.如权利要求4所述的降低噻嗪酮杂质的设备，其特征在于，所述转动盘包括稳定托和转动柱，所述稳定托与所述釜体相契合，并设置于所述转动柱的上侧，所述转动柱设置于所述底座的上侧，并与所述底座转动连接。

7.采用如权利要求6所述的降低噻嗪酮杂质的设备的生产方法，其特征在于，包括如下步骤：

异硫氰叔丁酯投入反应釜中，并升温至50-90℃；

抽真空为-0.06-0.095MPa，保持真空时间1-3小时，减压保温搅拌制得除杂的异硫氰叔丁酯；

经加成、环化、结晶后获得噻嗪酮原药。

降低噻嗪酮杂质的生产方法及设备

技术领域

[0001] 本发明涉及农药生产技术领域,尤其涉及降低噻嗪酮杂质的生产方法及设备。

背景技术

[0002] 扑虱灵是高效,持效期长,选择性强,安全的新型昆虫生长调节剂,是当前防治水稻稻飞虱的当家品种,目前,扑虱灵的合成是以硫氰酸铵为原料与叔丁醇在盐酸存在下反应得到硫氰酸叔丁酯与异氰酸叔丁酯的混合物(简称混酯),经转位得到异硫氰叔丁酯(简称异酯),再与异丙胺反应,得到1-异丙基-3-叔丁基硫脲(简称硫脲)。另外,以N-甲基胺与光气反应得N-甲基-N-苯基氨基甲酰氯,再与氯气反应得N-氯甲基-N苯基氨基甲酰氯(简称氯化物)。最后将氯化物与硫脲在碱试剂存下,反应得扑虱灵。

[0003] 在扑虱灵原药中,包含一个含量较高的杂质M291(2-异丙亚氨基-3-异丙基-5-苯基-3,4,5,6-四氢-2H-1,3,5-噻二嗪-4-酮),该杂质很难通过结晶移除。

发明内容

[0004] 本发明为了解决现有技术中,扑虱灵原药中M291杂质含量较高的问题,提出了一种降低噻嗪酮杂质的生产方法及设备。

[0005] 降低噻嗪酮杂质的设备,包括釜体、动力轴承、搅拌轴和支撑架,所述釜体与所述动力轴承配合,并设置于所述搅拌轴的外周侧,所述搅拌轴贯穿所述釜体与所述支撑架固定连接,所述动力轴承与所述支撑架固定连接,并设置于所述支撑架的内部,所述动力轴承包括电机、驱动轴和转子,所述电机设置于所述支撑架的上侧,并与所述驱动轴的上侧通过减速机连接,所述转子设置于所述驱动轴的下侧,并与所述釜体相啮合。

[0006] 其中,所述转子包括外啮合齿、设有连接孔的连接座和连接栓,所述连接座设置于所述搅拌轴的下侧,所述连接孔贯穿所述连接座,并与所述驱动轴契合,所述外啮合齿设置于所述连接座的外周侧,并与所述釜体啮合,所述连接栓则贯穿所述连接座与所述驱动轴抵接。

[0007] 其中,所述支撑架包括底座和固定架,所述底座设置于所述釜体的外周侧,所述固定架设置于所述底座的上侧,并与所述搅拌轴固定连接。

[0008] 其中,所述底座包括弧形架、滚动轴和转动盘,所述弧形架设置于所述釜体的外周侧,并通过所述滚动轴与所述釜体滚动连接,所述转动盘设置于所述底座的下侧,并与所述底座转动连接。

[0009] 其中,所述固定架包括固定板和支撑柱,所述固定板设置于所述支撑柱的上侧,并与所述电机固定连接。

[0010] 其中,所述转动盘包括稳定托和转动柱,所述稳定托与所述釜体相契合,并设置于所述转动柱的上侧,所述转动柱设置于所述底座的上侧,并与所述底座转动连接。

[0011] 本发明还提出一种采用如上述所述降低噻嗪酮杂质的设备的生产方法,包括如下步骤:

[0012] 异硫氰叔丁酯投入反应釜中，并升温至50-90℃；

[0013] 抽真空为-0.06-0.095MPa，保持真空时间1-3小时，减压保温搅拌制得除杂的异硫氰叔丁酯；

[0014] 经加成、环化、结晶后获得噻嗪酮原药。

[0015] 本发明的有益效果为：在现有技术的基础上，改进除去杂质的生产设备，利用驱动轴与釜体的配合，从而有效提升釜体的搅拌稳定性，进而便于将M291杂质除去，以提升中间体1-异丙基-3-叔丁基硫脲的产率，并改进工艺方法，通过简单的工艺操作，移除了异硫氰叔丁酯中的二硫化碳，达到控制杂质M291，以使之契合生产的目的。

附图说明

[0016] 为了更清楚地说明本发明实施例或现有技术中的技术方案，下面将对实施例或现有技术描述中所需要使用的附图作简单地介绍，显而易见地，下面描述中的附图仅仅是本发明的一些实施例，对于本领域普通技术人员来讲，在不付出创造性劳动的前提下，还可以根据这些附图获得其他的附图。

[0017] 图1是本发明降低噻嗪酮杂质的设备的结构示意图。

[0018] 图2是本发明降低噻嗪酮杂质的设备的转子的结构示意图。

[0019] 图3是本发明降低噻嗪酮杂质的设备的生产方法的工艺步骤示意图。

[0020] 10-釜体、20-动力轴承、30-搅拌轴、40-支撑架、11-球体釜、12-配合齿、13-连接端、21-电机、22-驱动轴、23-转子、41-底座、42-固定架、231-外啮合齿、232-连接座、233-连接栓、234-连接孔、411-弧形架、412-滚动轴、413-转动盘、414-稳定托、415-转动柱、421-固定板、422-支撑柱。

具体实施方式

[0021] 下面详细描述本发明的实施例，所述实施例的示例在附图中示出，其中自始至终相同或类似的标号表示相同或类似的元件或具有相同或类似功能的元件。下面通过参考附图描述的实施例是示例性的，旨在用于解释本发明，而不能理解为对本发明的限制。

[0022] 在本发明的描述中，需要理解的是，术语“长度”、“宽度”、“上”、“下”、“前”、“后”、“左”、“右”、“竖直”、“水平”、“顶”、“底”“内”、“外”等指示的方位或位置关系为基于附图所示的方位或位置关系，仅是为了便于描述本发明和简化描述，而不是指示或暗示所指的装置或元件必须具有特定的方位、以特定的方位构造和操作，因此不能理解为对本发明的限制。此外，在本发明的描述中，“多个”的含义是两个或两个以上，除非另有明确具体的限定。

[0023] 请参阅图1至图3，本发明提供一种技术方案：

[0024] 降低噻嗪酮杂质的设备，包括釜体10、动力轴承20、搅拌轴30和支撑架40，所述釜体10与所述动力轴承20配合，并设置于所述搅拌轴30的外周侧，所述搅拌轴30贯穿所述釜体10与所述支撑架40固定连接，所述动力轴承20与所述支撑架40固定连接，并设置于所述支撑架40的内部，所述动力轴承20包括电机21、驱动轴22和转子23，所述电机21设置于所述支撑架40的上侧，并与所述驱动轴22的上侧通过减速机连接，所述转子23设置于所述驱动轴22的下侧，并与所述釜体10相啮合。

[0025] 在本实施方式中，所述釜体10用以进行反应，所述动力轴承20用以辅助所述釜体

10进行转动，所述搅拌轴30则用以配合所述釜体10，进而使得所述釜体10内部能进行搅拌，所述支撑架40则用以支撑所述釜体10和所述动力轴承20，所述电机21用以给所述驱动轴22转动，所述转子23则在所述驱动轴22的带动下进行转动，进而使得所述釜体10也进行转动。

[0026] 进一步的，所述转子23包括外啮合齿231、设有连接孔234的连接座232和连接栓233，所述连接座232设置于所述搅拌轴30的下侧，所述连接孔234贯穿所述连接座232，并与所述驱动轴22契合，所述外啮合齿231设置于所述连接座232的外周侧，并与所述釜体10啮合，所述连接栓233则贯穿所述连接座232与所述驱动轴22抵接。

[0027] 在本实施方式中，所述外啮合齿231与所述转子23啮合，从而在所述转子23转动时能带动所述釜体10转动，所述连接座232则用以连接所述驱动轴22，所述连接栓233则用以提升所述驱动轴22与所述转子23之间的连接强度。

[0028] 进一步的，所述支撑架40包括底座41和固定架42，所述底座41设置于所述釜体10的外周侧，所述固定架42设置于所述底座41的上侧，并与所述搅拌轴30固定连接。

[0029] 在本实施方式中，所述底座41与所述固定架42配合，进而使得所述底座41能支撑所述釜体10，而所述固定架42则用以固定所述动力轴承20。

[0030] 进一步的，所述底座41包括弧形架411、滚动轴412和转动盘413，所述弧形架411设置于所述釜体10的外周侧，并通过所述滚动轴412与所述釜体10滚动连接，所述转动盘413设置于所述底座41的下侧，并与所述底座41转动连接。

[0031] 在本实施方式中，所述弧形架411与用以支撑所述釜体10的转动，所述滚动轴412则用以实现所述釜体10与所述弧形架411之间的转动连接，所述转动盘413设置于所述釜体10的下侧，进而进一步提升所述釜体10的转动强度，所述弧形架411还与所述搅拌轴30固定连接，利用所述釜体10的转动，进而实现对所述釜体10内部物料的搅拌。

[0032] 进一步的，所述固定架42包括固定板421和支撑柱422，所述固定板421设置于所述支撑柱422的上侧，并与所述电机21固定连接。

[0033] 在本实施方式中，所述固定板421用以固定所述电机21，所述支撑柱422则用以配合所述动力轴承20，以使得所述动力轴承20能进行转动。

[0034] 进一步的，所述转动盘413包括稳定托414和转动柱415，所述稳定托414与所述釜体10相契合，并设置于所述转动柱415的上侧，所述转动柱415设置于所述底座41的上侧，并与所述底座41转动连接。

[0035] 在本实施方式中，所述稳定托414用以支撑所述釜体10，所述转动柱415则用以配合所述稳定托414，从而使得所述稳定托414能与所述底座41转动连接。

[0036] 进一步的，所述釜体10包括球体釜11、配合齿12和连接端13，所述连接端13设置于所述球体釜11的上侧，并与所述滚动轴412转动连接，所述配合齿12设置于所述球体釜11的外周侧，并与所述外啮合齿231配合。

[0037] 在本实施方式中，所述球体釜11用以进行反应，所述配合齿12与所述外啮合齿231配合，从而驱动所述球体釜11进行转动，所述连接端13则用以连接所述球体釜11与所述弧形架411，并包覆在所述搅拌轴30的上端的外周侧。

[0038] 本发明还提出一种采用如上述降低噻嗪酮杂质的设备的生产方法，包括如下步骤：

[0039] 异硫氰叔丁酯投入反应釜中，并升温至50-90℃；

[0040] 抽真空为-0.06-0.095MPa，保持真空时间1-3小时，减压保温搅拌制得除杂的异硫氰叔丁酯；

[0041] 经加成、环化、结晶后获得噻嗪酮原药。

[0042] 进一步的，所述除杂是指2-异丙亚氨基-3-异丙基-5-苯基-3,4,5,6-四氢-2H-1,3,5-噻二嗪-4-酮的含量≤0.1％。

[0043] 具体实施例1

[0044] 将异硫氰叔丁酯115g(0.1mol)投入反应釜中，升温至50℃，提高真空至-0.095Mpa，保持真空稳定，搅拌1小时，异硫氰叔丁酯损失0.5％；

[0045] 异硫氰叔丁酯中二硫化碳经液相色谱定量，确认含量降至0.08％；

[0046] 所得异硫氰叔丁酯，经加成、环化、结晶后获得噻嗪酮原药，M291含量0.05％。

[0047] 具体实施例2

[0048] 将异硫氰叔丁酯115g(0.1mol)投入反应釜中，升温至70℃，提高真空至-0.085Mpa，保持真空稳定，搅拌1小时，异硫氰叔丁酯损失0.5％；

[0049] 异硫氰叔丁酯中二硫化碳经液相色谱定量，确认含量降至0.03％；

[0050] 所得异硫氰叔丁酯，经加成、环化、结晶后获得噻嗪酮原药，M291含量0.02％。

[0051] 具体实施例3

[0052] 将异硫氰叔丁酯115g(0.1mol)投入反应釜中，升温至80℃，提高真空至-0.07Mpa，保持真空稳定，搅拌2小时，异硫氰叔丁酯损失1.3％；

[0053] 异硫氰叔丁酯中二硫化碳经液相色谱定量，确认含量降至0.05％；

[0054] 所得异硫氰叔丁酯，经加成、环化、结晶后获得噻嗪酮原药，M291含量0.02％。

[0055] 具体实施例4

[0056] 将异硫氰叔丁酯115g(0.1mol)投入反应釜中，升温至90℃，提高真空至-0.08Mpa，保持真空稳定，搅拌2小时，异硫氰叔丁酯损失1.2％；

[0057] 异硫氰叔丁酯中二硫化碳经液相色谱定量，确认含量降至0.06％；

[0058] 所得异硫氰叔丁酯，经加成、环化、结晶后获得噻嗪酮原药，M291含量0.03％。

[0059] 以上所揭露的仅为本发明一种较佳实施例而已，当然不能以此来限定本发明之权利范围，本领域普通技术人员可以理解实现上述实施例的全部或部分流程，并依本发明权利要求所作的等同变化，仍属于发明所涵盖的范围。

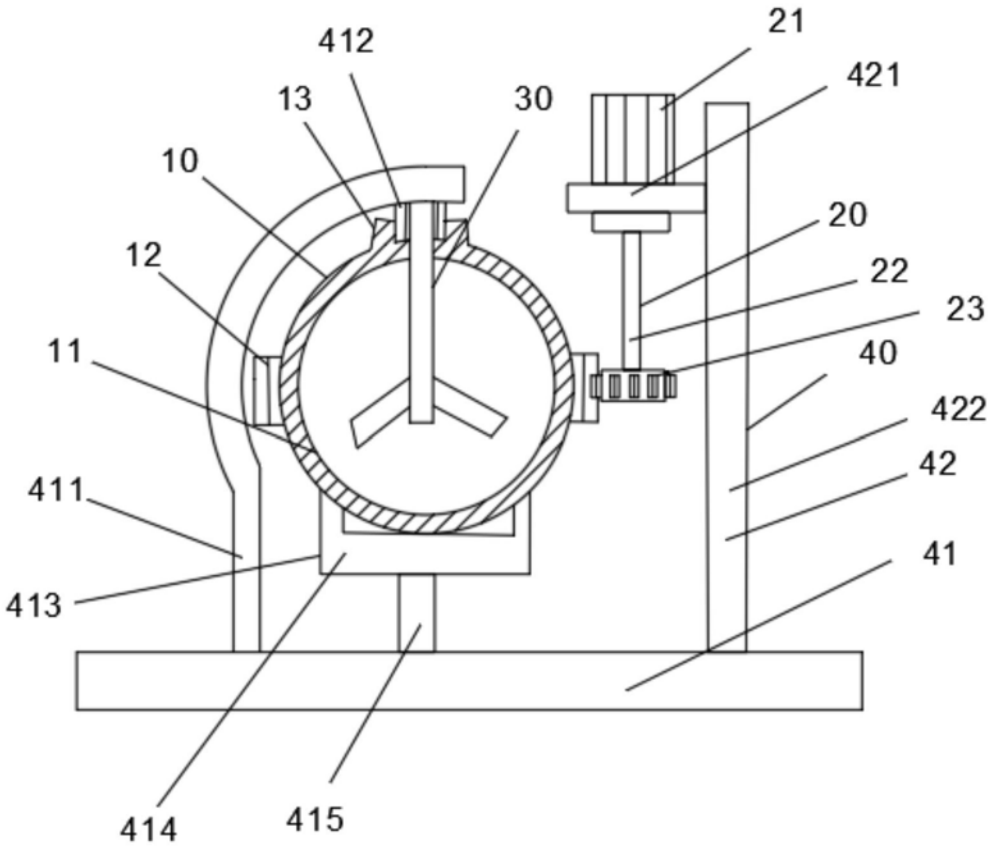

412
21
13
421
30
10
20
12
22
23
11
40
422
42
411
41
413
414
415

图1

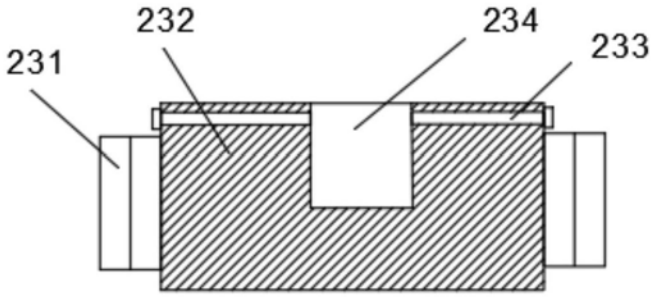

232
234
231
233

图2

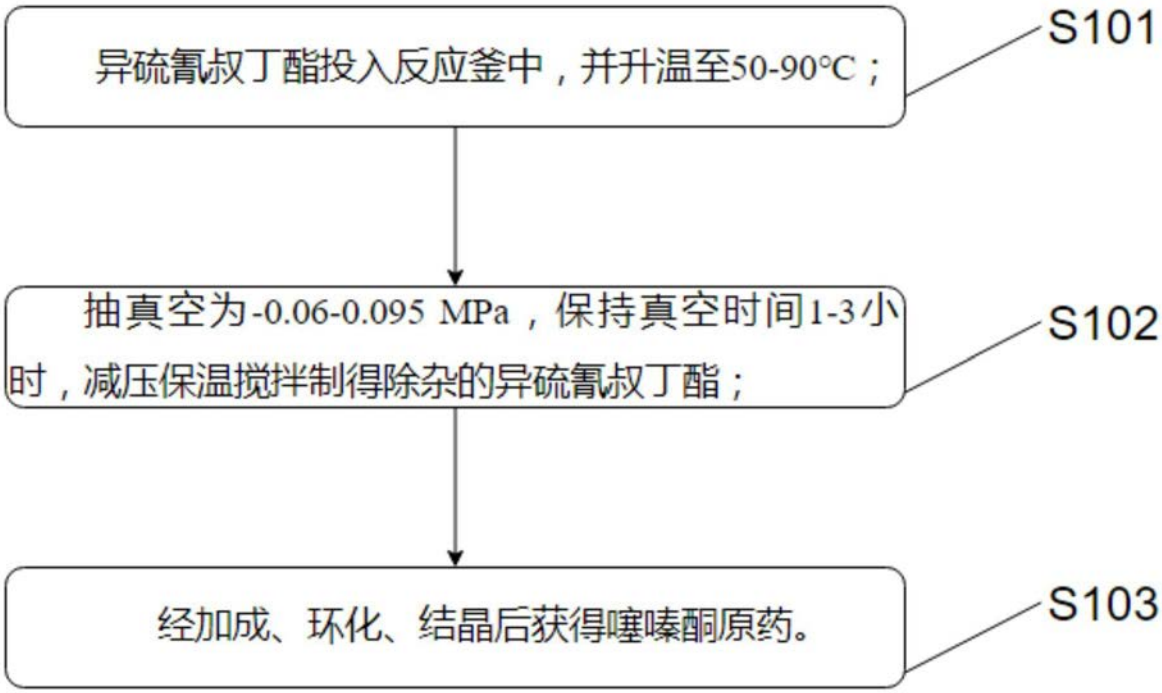

异硫氰叔丁酯投入反应釜中，并升温至50-90℃；
S101
抽真空为-0.06-0.095 MPa，保持真空时间1-3小时，减压保温搅拌制得除杂的异硫氰叔丁酯；
S102
经加成、环化、结晶后获得噻嗪酮原药。
S103

图3