



(12) 实用新型专利

(10) 授权公告号 CN 220835498 U

(45) 授权公告日 2024. 04. 26

(21) 申请号 202322611686.5

(22) 申请日 2023.09.26

(73) 专利权人 湖北省祥珈科技有限公司

地址 430000 湖北省咸宁市赤壁市中伙铺镇高新区美丽健康产业园33栋2楼

(72) 发明人 曾子彦 许蔚 严梓杨 吴方敏 胡浪浪

(74) 专利代理机构 广州市华学知识产权代理有限公司 44245

专利代理师 宫爱鹏

(51) Int. Cl.

B01J 19/00 (2006.01)

C07C 253/30 (2006.01)

C07C 255/64 (2006.01)

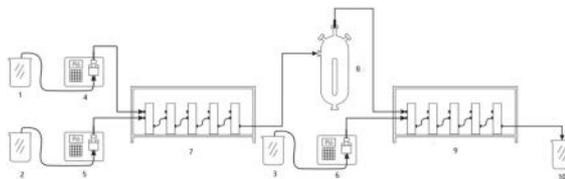
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54) 实用新型名称

一种连续化合成2-甲基- α -羟亚胺基苯乙腈钠盐的装置

(57) 摘要

本实用新型属于化工领域,公开了一种连续化合成2-甲基- α -羟亚胺基苯乙腈钠盐的装置,包括分别储存盐酸、亚硝酸钠甲醇-水溶液和邻甲基苯乙腈碱性甲醇溶液的原料罐A、B、C,原料罐A、B与微通道反应器A的入口连通,微通道反应器A的出口与气液分离罐连通,气液分离罐的出口与微通道反应器B的入口连通,原料罐C与微通道反应器B的入口连通,微通道反应器B的出口连接产物收集罐,所获得产物即为2-甲基- α -羟亚胺基苯乙腈钠盐溶液。本实用新型装置可成功用亚硝酸甲酯代替其它亚硝酸酯,大幅降低了反应成本,实现了亚硝酸甲酯与邻甲基苯乙腈的安全反应。此外,该装置反应收率高、产物纯度极高,适合连续工业化生产。



1. 一种连续化合成2-甲基- α -羟亚胺基苯乙腈钠盐的装置,其特征在于,包括分别储存盐酸、亚硝酸钠甲醇-水溶液和邻甲基苯乙腈碱性甲醇溶液的原料罐A、B、C,原料罐A、B与微通道反应器A的入口连通,微通道反应器A的出口与气液分离罐连通,气液分离罐的出气口与微通道反应器B的入口连通,原料罐C与微通道反应器B的入口连通,微通道反应器B的出口连接产物收集罐,所收得产物即为2-甲基- α -羟亚胺基苯乙腈钠盐溶液。

2. 根据权利要求1所述的装置,其特征在于,所述原料罐A、原料罐B和原料罐C通过供料泵通入对应的微通道反应器。

3. 根据权利要求1或2所述的装置,其特征在于,所述原料罐A、B、C对应的管线上均装有流量计。

一种连续化合成2-甲基- α -羟亚胺基苯乙腈钠盐的装置

技术领域

[0001] 本实用新型属于化工领域,具体涉及一种连续化2-甲基- α -羟亚胺基苯乙腈钠盐的装置。

背景技术

[0002] 脲菌酯是由诺华公司开发,并由拜耳公司销售的甲氧基丙烯酸酯类杀菌剂,能有效防治几乎所有的真菌病害、杀菌谱广,雨水冲刷后仍能保持药效、环境相容性好,已成为农药界的研究热点。(E)-2-甲基- α -甲氧亚胺基苯乙酸甲酯是用于合成脲菌酯的重要中间体,后续经溴化制得溴代物中间体再同间三氟甲基苯乙酮脲反应制得脲菌酯,其合成的重点是2-甲基- α -羟亚胺基苯乙腈的合成。

[0003] 目前已公开的专利CN 110396054 A中包含了该关键中间体(E)-2-甲基- α -甲氧亚胺基苯乙酸甲酯的制备方法,该路线以邻甲基苯乙腈为原料经亚硝化反应制备2-甲基- α -羟亚胺基苯乙腈。我们在重复该路线时,发现其中存在一个主要问题:反应所需原料为亚硝化试剂,而亚硝酸酯均为易分解爆炸化合物,储存、运输及使用均存在极大安全隐患,难以工业化实施。该专利所述的亚硝酸酯实际上并不包括亚硝酸甲酯,这是因为亚硝酸甲酯沸点仅为-12℃,使用过程中实际为气体,并不能如专利所述滴加进反应体系。

[0004] 专利CN 108863845 A中同样以邻甲基苯乙腈为原料经亚硝化反应制备2-甲基- α -羟亚胺基苯乙腈,但该路线明确指出亚硝酸酯RONO中R选自C2-C5直链烷烃或C3-C6支链烷烃,同样不包含沸点较低的亚硝酸甲酯;考虑到原料价格及单耗量,甲醇价格便宜且单位摩尔质量更小,因此,亚硝酸甲酯对比其亚硝酸酯有极高的价格优势。

[0005] 综上所述,现有技术存在安全隐患,且操作与实际物料情况不符,无法实现工业化生产。(E)-2-甲基- α -甲氧亚胺基苯乙酸甲酯关键中间体2-甲基- α -羟亚胺基苯乙腈的制备,需要开发一种更加安全、可行高、具有成本优势的工艺路线。

发明内容

[0006] 针对现有技术的不足,本实用新型的目的在于提供一种连续化的2-甲基- α -羟亚胺基苯乙腈钠盐安全生产装置,解决现有2-甲基- α -羟亚胺基苯乙腈生产时的安全隐患及原料混合问题。

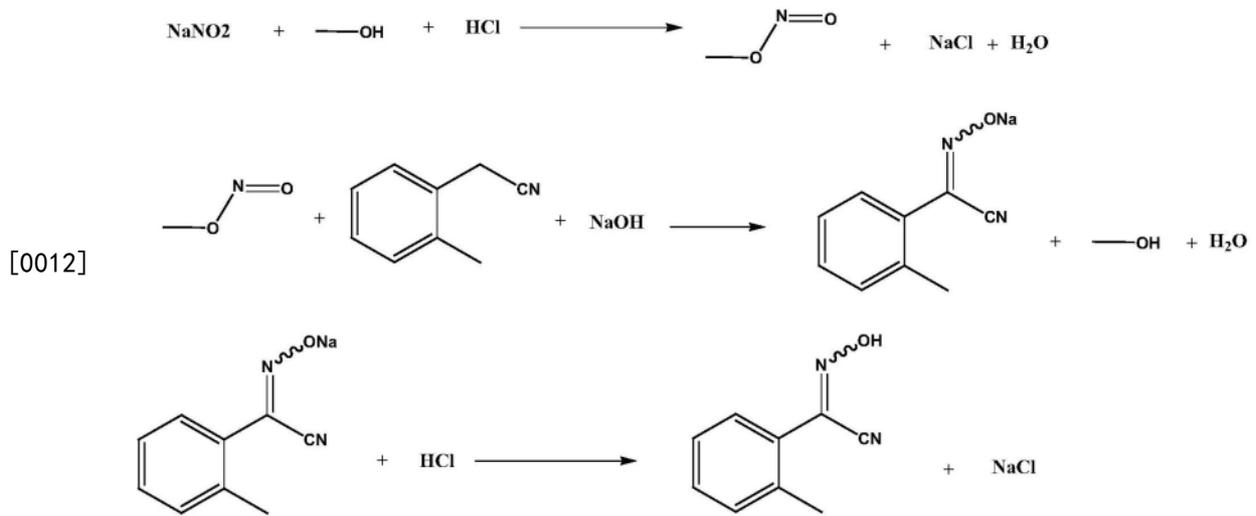
[0007] 本实用新型的目的通过以下技术方案实现:

[0008] 一种连续化合成2-甲基- α -羟亚胺基苯乙腈钠盐的装置,包括分别储存盐酸、亚硝酸钠甲醇-水溶液和邻甲基苯乙腈碱性甲醇溶液的原料罐A、B、C,原料罐A、B与微通道反应器A的入口连通,微通道反应器A的出口与气液分离罐连通,气液分离罐的出气口与微通道反应器B的入口连通,原料罐C与微通道反应器B的入口连通,微通道反应器B的出口连接产物收集罐,所收得产物即为2-甲基- α -羟亚胺基苯乙腈钠盐溶液,该溶液经调酸后分液即可得到2-甲基- α -羟亚胺基苯乙腈。

[0009] 优选地,所述原料罐A、原料罐B和原料罐C通过供料泵通入对应的微通道反应器。

[0010] 优选地,所述原料罐A、B、C对应的管线上均装有流量计。

[0011] 所述2-甲基- α -羟亚胺基苯乙腈的合成路线如下:



[0013] 2-甲基- α -羟亚胺基苯乙腈的合成方法,包括如下步骤:

[0014] (1) 配制三种反应原料溶液,盐酸、亚硝酸钠甲醇-水溶液,以及邻甲基苯乙腈碱性甲醇溶液,分别装入上述原料罐A、B、C;

[0015] (2) 通过供料泵控制三股液体的流速,其中盐酸与亚硝酸钠甲醇-水溶液在微通道反应器A中反应,产生亚硝酸甲酯气体及氯化钠水溶液,该气液混合物进入气液分离罐,液体作为废盐水排出,气体通入微通道反应器B,同经供料泵C控制下注入的邻甲基苯乙腈碱性甲醇溶液反应,即可得到2-甲基- α -羟亚胺基苯乙腈钠盐的溶液,减压脱除溶剂甲醇,经调酸后分液即可获得2-甲基- α -羟亚胺基苯乙腈,收率可达90%以上,且无明显副产物产生。

[0016] 与现有技术相比,本实用新型使用微通道反应器,充分发挥反应器持液量小,安全性高的特点,避免了危险化学品亚硝酸酯的集聚。同时利用微通道反应器反应效率高的特点,成功使用亚硝酸甲酯代替其它亚硝酸酯,大幅降低了反应成本,实现了亚硝酸甲酯与邻甲基苯乙腈的安全反应。该过程安全性高、反应迅速、反应收率高、产物纯度极高、生产成本低,适合连续工业化生产。

附图说明

[0017] 图1是本实用新型装置的连接示意图;1.原料罐A,2.原料罐B,3.原料罐C,4.供料泵A,5.供料泵B,6.供料泵C,7.微通道反应器A,8.气液分离罐,9.微通道反应器B,10.产物收集罐。

具体实施方式

[0018] 以下结合实施例对本实用新型所涉及的装置作进一步说明。

[0019] 实施例1

[0020] 如图1所示,本实用新型装置包括原料罐A、原料罐B和原料罐C,分别储存盐酸、亚硝酸钠甲醇-水溶液和邻甲基苯乙腈碱性甲醇溶液。3个原料罐各自配备供料泵,其中原料罐A、B分别通过供料泵A、B与微通道反应器A连通,微通道反应器A的出口与气液分离罐8连

通,气液分离罐8的出气口与微通道反应器B的入口连通,原料罐C与微通道反应器B的入口连通,微通道反应器B的出口连接产物收集罐10。

[0021] 实施例2

[0022] 2-甲基- α -羟亚胺基苯乙腈钠的合成方法,包括如下步骤:

[0023] (1) 原料的配制

[0024] 在配料釜中将34.5kg亚硝酸钠,16kg甲醇,75kg水混合配置成约6mol/L的亚硝酸钠的甲醇水溶液,室温静置,确保无固体析出,约105L,将该溶液注入原料罐A;

[0025] 原料罐B:36%质量分数盐酸,约12mol/L共50kg约42.37L;

[0026] 在配料釜中加入200kg甲醇(253L),搅拌条件下加入46kg NaOH,降温至室温后加入100kg邻甲基苯乙腈,搅拌混合均匀,注入原料罐C;

[0027] (2) 将原料罐A和原料罐B分别经供料泵A、B接入微通道反应器A中,设置微通道流速:

[0028] 供料泵A350mL/min;

[0029] 供料泵B 141mL/min;

[0030] (3) 微通道反应器A中生成的亚硝酸甲酯产物经气液分离罐进入微通道反应器B中,在观察到气体产生后,设置供料泵C流速1.15L/min,反应时间5h,微通道反应器B出口产物即为2-甲基- α -羟亚胺基苯乙腈钠盐的甲醇溶液,共计收得产物溶液407kg,HPLC检测溶液中各组分含量(检测条件:乙腈:0.1%磷酸水溶液=5:5,流速1ml/min,检测波长:254nm),收得2-甲基- α -羟亚胺基苯乙腈钠盐163.8kg,2-甲基- α -羟亚胺基苯乙腈钠盐含量99%,原料反应完全未检出。60℃减压脱除溶剂甲醇,向剩余液体中加入420kg 10%盐酸搅拌反应1h,之后静置分层,油层即为2-甲基- α -羟亚胺基苯乙腈,共收得产物117.6kg,收率96.3%,HPLC检测纯度99.6%。

[0031] 实施例3

[0032] 2-甲基- α -羟亚胺基苯乙腈钠的合成方法,包括如下步骤:

[0033] (1) 原料的配制

[0034] 在配料釜中将34.5kg亚硝酸钠,16kg甲醇,1200kg水混合配置成约0.6mol/L的亚硝酸钠的甲醇水溶液,室温静置,确保无固体析出,约105L,将该溶液注入原料罐A;

[0035] 原料罐B:11%质量分数盐酸,约3.2mol/L共328kg约313L;

[0036] 在配料釜中加入1000kg甲醇(1250L),搅拌条件下加入46kg NaOH,降温至室温后加入100kg邻甲基苯乙腈,搅拌混合均匀,注入原料罐C;

[0037] (2) 将原料罐A和原料罐B分别经供料泵A、B接入微通道反应器A中,设置微通道流速:

[0038] 供料泵A3.5L/min;

[0039] 供料泵B 0.53L/min;

[0040] (3) 微通道反应器A中生成的亚硝酸甲酯产物经气液分离罐进入微通道反应器B中,在观察到气体产生后,设置供料泵C流速4.5L/min,反应时间5h,微通道反应器B出口产物即为2-甲基- α -羟亚胺基苯乙腈钠盐的甲醇溶液,共计收得产物溶液1210kg,HPLC检测溶液含量(检测条件:乙腈:0.1%磷酸水溶液=5:5,流速1ml/min,检测波长:254nm),收得2-甲基- α -羟亚胺基苯乙腈钠盐157.9kg,2-甲基- α -羟亚胺基苯乙腈钠盐含量98.5%,原料剩

余0.8%。60℃减压脱除溶剂甲醇,向剩余液体中加入420kg 10%盐酸搅拌反应1h,之后静置分层,油层即为2-甲基- α -羟亚胺基苯乙腈,取1g反应液样品加1滴盐酸中和,定容至1L, HPLC外标检测,计算共收得产物113.5kg,收率92.8%,HPLC检测纯度98.6%。

[0041] 上述实施例为本发明较佳的实施方式,但本发明的实施方式并不受上述实施例的限制,其他的任何未背离本发明的精神实质与原理下所作的改变、修饰、替代、组合、简化,均应为等效的置换方式,都包含在本发明的保护范围之内。

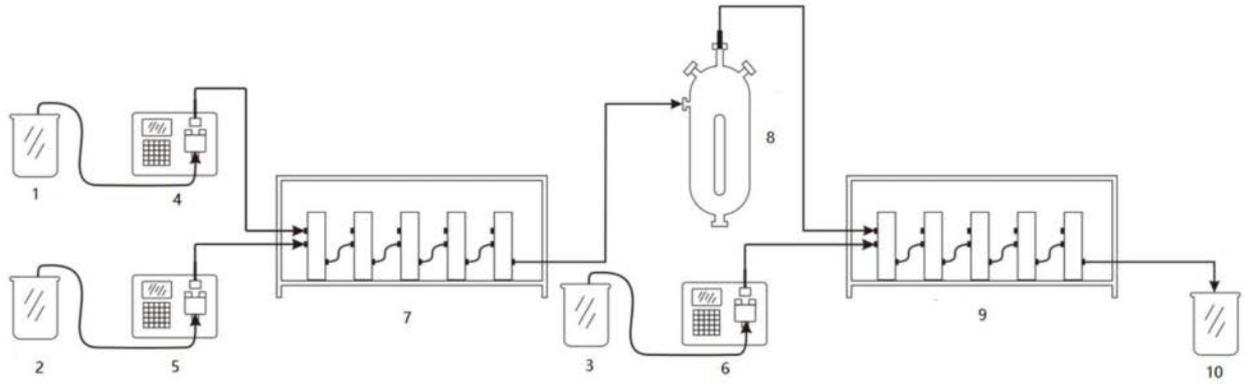


图1