



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106928131 A

(43)申请公布日 2017.07.07

(21)申请号 201710042319.4

(22)申请日 2017.01.20

(71)申请人 江苏凯晨化工有限公司

地址 223005 江苏省淮安市盐化新材料产
业园区李湾路8号

(72)发明人 车鋹 江学东

(51)Int. Cl.

C07D 213/643(2006.01)

权利要求书1页 说明书2页

(54)发明名称

一种高效氟吡甲禾灵的制备方法

(57)摘要

本发明公开了一种高效氟吡甲禾灵的制备方法,该方法包括以下步骤:a)在第一反应釜中加入第一中间体2-(4-羟基苯氧基),酯化反应后加入溶剂甲苯,配成2-(4-羟基苯氧基)丙酸乙酯甲苯溶液;b)在第二反应釜中加入第二中间体6-氯-2-巯基苯并恶唑,氯化后加入溶剂甲苯,配成2,6-二氯苯并恶唑甲苯溶液;c)在第三反应釜中加入溶剂甲苯并投入碳酸钾和催化剂,并将第一反应釜和第二反应釜中的中间体料投入第三反应釜中;d)反应结束后降温至25℃,放料离心,最后用乙醇重结晶法得到产品;本发明可使反应时间大大缩短,而且避免了固体中间体的投料,有效降低了刺激性中间体对人体皮肤的影响,减少污染气体的释放。

1. 一种高效氟吡甲禾灵的制备方法,其特征在于,该方法包括以下步骤:

a) 在第一反应釜中加入丙酸和乙醇,酯化反应后得到第一中间体2-(4-羟基苯氧基)。

2. b) 在第二反应釜中加入6-氯-2-巯基苯并恶唑,氯化得到第二中间体2,6-二氯苯并恶唑。

3. c) 在步骤a)中酯化反应结束后,脱出反应中未完全反应的乙醇,并加入溶剂甲苯,配成55%浓度的2-(4-羟基苯氧基)丙酸乙酯甲苯溶液。

4. d) 在步骤b)中当氯化结束后,脱溶并加入溶剂甲苯,配成45%浓度的2,6-二氯苯并恶唑甲苯溶液。

5. e) 在第三反应釜中加入溶剂甲苯,在搅拌过程中投入碳酸钾和催化剂,物料添加完后加热升温至65℃,用1号输料泵将步骤c)中的2-(4-羟基苯氧基)丙酸乙酯甲苯溶液打入第三反应釜中;10min后再同时用2号输料泵将步骤d)中2,6-二氯苯并恶唑甲苯溶液打入反应釜中,待2-(4-羟基苯氧基)丙酸乙酯甲苯溶液和2,6-二氯苯并恶唑甲苯溶液全部加完后保温30min,反应结束。

6. f) 在步骤e)结束后降温至25℃,放料离心,再用滤液水洗,最后加热负压脱出甲苯,用乙醇重结晶法得到产品精恶唑禾草灵。

7. 根据权利要求1所述的一种高效氟吡甲禾灵的制备方法,其特征在于:所述步骤e)中向第三反应釜中加入的催化剂为四丁基氯化铵。

8. 根据权利要求1所述的一种高效氟吡甲禾灵的制备方法,其特征在于:所述步骤f)降温采用冷冻盐水进行降温。

9. 根据权利要求1所述的一种高效氟吡甲禾灵的制备方法,其特征在于:所述步骤f)中缓慢加热至100-110℃并伴有少量回流,负压脱出甲苯,进行回收再利用。

一种高效氟吡甲禾灵的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种精细化工产品的制备方法,具体来说是一种高效氟吡甲禾灵的制备方法。

背景技术

[0002] 2-[4-(6-氯-2-苯并恶唑氧基苯氧基)]丙酸乙酯又名精恶唑禾草灵,属2-(4-芳氧基苯氧基)丙酸类除草剂。

[0003] 精恶唑禾草灵用于防除甜菜、棉花、亚麻、花生、油菜、马铃薯、大豆和蔬菜田的一年生和多年生禾本科杂草;具有高效低毒、杀虫谱广、施用期长以及对作物安全等特点;它可以避免各种有害生物对农作物的危害,促进作物的生长,它的使用是提高农业单位面积产量的重要措施之一,对缓减世界粮食危机作出了重要贡献。

[0004] 由于制备2-[4-(6-氯-2-苯并恶唑氧基苯氧基)]丙酸乙酯的两个中间体2,6-二氯苯并恶唑和2-(4-羟基苯氧基)丙酸乙酯在室温状态下为结晶固体,因此每次生产时都需加热熔化使用,且对人体皮肤和眼睛有明显的刺激性的影响,同时2-(4-羟基苯氧基)丙酸乙酯具有光学性质在加热过程易发生光学降解,导致制备方法较为复杂,且成品率较低。

发明内容

[0005] 针对上述问题,本发明的目的是为了提供一种可大大缩短反应时间,制备方法简便的高效氟吡甲禾灵的制备方法。

[0006] 为了达到本发明的目的,技术方案如下:

[0007] 一种高效氟吡甲禾灵的制备方法,其特征在于,该方法包括以下步骤:

[0008] a) 在第一反应釜中加入丙酸和乙醇,酯化反应后得到第一中间体2-(4-羟基苯氧基)。

[0009] b) 在第二反应釜中加入6-氯-2-巯基苯并恶唑,氯化得到第二中间体2,6-二氯苯并恶唑。

[0010] c) 在步骤a)中酯化反应结束后,脱出反应中未完全反应的乙醇,并加入溶剂甲苯,配成55%浓度的2-(4-羟基苯氧基)丙酸乙酯甲苯溶液。

[0011] d) 在步骤b)中当氯化结束后,脱溶并加入溶剂甲苯,配成45%浓度的2,6-二氯苯并恶唑甲苯溶液。

[0012] e) 在第三反应釜中加入溶剂甲苯,在搅拌过程中投入碳酸钾和催化剂,物料添加完成后加热升温至65℃,用1号输料泵将步骤c)中的2-(4-羟基苯氧基)丙酸乙酯甲苯溶液打入第三反应釜中;10min后再同时用2号输料泵将步骤d)中2,6-二氯苯并恶唑甲苯溶液打入反应釜中,待2-(4-羟基苯氧基)丙酸乙酯甲苯溶液和2,6-二氯苯并恶唑甲苯溶液全部加完后保温30min,反应结束。

[0013] f) 在步骤e)结束后降温至25℃,放料离心,再用滤液水洗,最后加热负压脱出甲苯,用乙醇重结晶法得到产品精恶唑禾草灵。

[0014] 作为优选的技术方案:所述步骤e)中向第三反应釜中加入的催化剂为四丁基氯化铵。

[0015] 作为优选的技术方案:所述步骤f)降温采用冷冻盐水进行降温。

[0016] 作为优选的技术方案:所述步骤f)中缓慢加热至100-110℃并伴有少量回流,负压脱出甲苯,进行回收再利用。

[0017] 本发明的有益效果为:反应时间大大缩短,而且避免了固体中间体的投料,有效降低了刺激性中间体对人体皮肤的影响,减少污染气体的释放。

具体实施方式

[0018] 下面对本发明的较佳实施例进行详细阐述,以使本发明的优点和特性能易于被本领域技术人员理解,从而对本发明的保护范围做出更为清楚明确的界定。

[0019] 一种高效氟吡甲禾灵的制备方法,该方法包括以下步骤:

[0020] a)在第一反应釜中加入丙酸和乙醇,酯化反应后得到第一中间体2-(4-羟基苯氧基)。

[0021] b)在第二反应釜中加入6-氯-2-巯基苯并恶唑,氯化得到第二中间体2,6-二氯苯并恶唑。

[0022] c)在步骤a)中酯化反应结束后,脱出反应中未完全反应的乙醇,并加入溶剂甲苯,配成55%浓度的2-(4-羟基苯氧基)丙酸乙酯甲苯溶液。

[0023] d)在步骤b)中当氯化结束后,脱溶并加入溶剂甲苯,配成45%浓度的2,6-二氯苯并恶唑甲苯溶液。

[0024] e)在第三反应釜中加入溶剂甲苯,在搅拌过程中投入碳酸钾和催化剂,物料添加完成后加热升温至65℃,用1号输料泵将步骤c)中的2-(4-羟基苯氧基)丙酸乙酯甲苯溶液打入第三反应釜中;10min后再同时用2号输料泵将步骤d)中2,6-二氯苯并恶唑甲苯溶液打入反应釜中,待2-(4-羟基苯氧基)丙酸乙酯甲苯溶液和2,6-二氯苯并恶唑甲苯溶液全部加完后保温30min,反应结束。

[0025] f)在步骤e)结束后降温至25℃,放料离心,再用滤液水洗,最后加热负压脱出甲苯,用乙醇重结晶法得到产品精恶唑禾草灵。

[0026] 在本实施例中,步骤e)中向第三反应釜中加入的催化剂为四丁基氯化铵;步骤f)降温采用冷冻盐水进行降温;步骤f)中缓慢加热至100-110℃并伴有少量回流,负压脱出甲苯,进行回收再利用。

[0027] 以上显示和描述了本发明的基本原理、主要特征和本发明的优点。本行业的技术人员应该了解,本发明不受上述实施例的限制,上述实施例和说明书中描述的只是本发明的原理,在不脱离本发明精神和范围的前提下本发明还会有各种变化和改进,这些变化和改进都落入要求保护的本发明的范围内。本发明要求的保护范围由所附的权利要求书及其等同物界定。