



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101891675 B

(45) 授权公告日 2011. 12. 14

(21) 申请号 201010195843. 3

(22) 申请日 2010. 06. 09

(73) 专利权人 横店集团东阳英洛华绿色电化  
有限公司

地址 322118 浙江省金华市东阳市横店镇江  
南西二路

(72) 发明人 李惠跃 金克强 韦尉玉

(74) 专利代理机构 杭州杭诚专利事务有限公  
司 33109

代理人 尉伟敏

(51) Int. Cl.

C07D 213/61 (2006. 01)

(56) 对比文件

US 4487935 A, 1984. 12. 11, 全文.

CN 101314588 A, 2008. 12. 03, 全文.

CN 101648905 A, 2010. 02. 17, 全文.

US 4577027 A, 1986. 03. 18, 全文.

CN 101081831 A, 2007. 12. 05, 全文.

陈朝辉等. 2- 氯 -6- 三氯甲基吡啶的制备研  
究. 《精细化工中间体》. 2009, 第 39 卷 (第 3 期),  
第 21-24 页.

审查员 张磊

权利要求书 1 页 说明书 6 页

(54) 发明名称

一种 6- 氯 -2- 三氯甲基吡啶的生产方法

(57) 摘要

本发明属于农作物生产领域, 具体涉及一种  
氮肥增效剂 6- 氯 -2- 三氯甲基吡啶的生产方法,  
所述的生产方法是以 2- 甲基吡啶为起始原料, 在  
氯苯、二氯苯、氯代三氟甲苯、硝基苯等溶剂的存  
在下, 于 130~205℃ 通入过量氯气进行氯化反应,  
得到 6- 氯 -2- 三氯甲基吡啶粗品, 再经过精馏方  
法提纯粗品, 得到高纯度的 6- 氯 -2- 三氯甲基吡  
啶产品。本发明能克服现有生产方法中存在的收  
率低、易生成焦油聚合物、物料堵塞管道等缺点,  
从而实现提高反应选择性和产物收率, 减少废物  
排放, 更易于工业化生产的目的。

1. 一种 6-氯-2-三氯甲基吡啶的生产方法,其特征在于,所述的生产方法包括下述步骤:

(1) 用部分溶剂将 2-甲基吡啶配制成溶液,反应釜内加入余量的溶剂并通入过量氯气,然后将 2-甲基吡啶溶液连续加入到反应釜内,于 130℃-205℃ 下进行氯化反应,GC 检测到 6-氯-2-二氯甲基吡啶含量 $\leq 0.5\%$ 时,停止反应,得到 6-氯-2-三氯甲基吡啶粗品,

(2) 采用精馏方法提纯步骤(1)粗品,得到 6-氯-2-三氯甲基吡啶产品,

其中,上述的溶剂选自卤代或硝基化的芳香族化合物,溶剂总量与 2-甲基吡啶的重量比为 0.1-10:1。

2. 根据权利要求 1 所述的生产方法,其特征在于,所述的步骤(1)中氯气与 2-甲基吡啶的重量比为 3.5-10:1。

3. 根据权利要求 1 所述的生产方法,其特征在于,所述的步骤(1)中用溶剂总量 20%~30% 的溶剂与 2-甲基吡啶混合制成原料溶液。

4. 根据权利要求 1 所述的生产方法,其特征在于,所述的溶剂选自下列物质中一种:氯苯、二氯苯、三氟甲苯、氯代三氟甲苯、二氯代三氟甲苯、三氯代三氟甲苯或硝基苯。

5. 根据权利要求 4 所述的生产方法,其特征在于,所述的氯代三氟甲苯包括 2-氯三氟甲苯、3-氯三氟甲苯或 4-氯三氟甲苯;所述的二氯代三氟甲苯包括 2,3-二氯三氟甲苯、2,4-二氯三氟甲苯、2,5-二氯三氟甲苯、2,6-二氯三氟甲苯、3,4-二氯三氟甲苯或 3,5-二氯三氟甲苯;所述的三氯代三氟甲苯包括 2,3,4-三氯三氟甲苯、2,3,5-三氯三氟甲苯、2,3,6-三氯三氟甲苯、2,4,5-三氯三氟甲苯、2,4,6-三氯三氟甲苯或 3,4,5-三氯三氟甲苯。

6. 根据权利要求 1-5 之一所述的生产方法,其特征在于,所述的步骤(1)的氯化反应按下述方法操作:

反应釜内溶剂达到起始反应温度 135℃~165℃后,阶段性升温保温,每段温度下反应时间为 6~15 小时或按每小时 1℃~2℃ 的频率升温,氯气和 2-甲基吡啶溶液的加入速率随反应温度上升而提高或保持不变,直到 2-甲基吡啶溶液加完,反应温度最后达到 190℃~205℃,保持此时温度和氯气通入速率,GC 跟踪检测到反应产物中的 6-氯-2-二氯甲基吡啶含量 $\leq 0.5\%$ 时,即为反应终点,其中,氯气的通入速率为 9~60kg/h;2-甲基吡啶溶液的加入速率为 2~35kg/h。

7. 根据权利要求 1 所述的生产方法,其特征在于,所述的步骤(2)的精馏方法按如下操作:

在压力为 2kPa、精馏釜内温度为 90℃~120℃、精馏塔顶温度为 50℃~80℃及回流比为 4~8:1 的条件下,回收溶剂;在压力为 2kPa、精馏釜内温度为 145℃、精馏塔顶温度为 114℃及回流比为 4~8:1 的条件下,收集 6-氯-2-三氯甲基吡啶产品。

8. 根据权利要求 1 所述的生产方法,其特征在于,所述的精馏方法中得到的回收溶剂及产品前馏分循环使用;得到的产品后馏分作为其它产品的原料。

## 一种 6-氯-2-三氯甲基吡啶的生产方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于农作物生产领域,具体涉及一种氮肥增效剂 6-氯-2-三氯甲基吡啶的规模化大生产方法。

### 背景技术

[0002] 6-氯-2-三氯甲基吡啶是一种能有选择性地抑制土壤中的硝化作用或反硝化作用、提高氮肥利用率的氮肥增效剂,代号为 CP,含氮 6%,白色结晶固体,现在国外普遍应用、效果最好。我国在多种作物上也作过试验,证明有一定的增产效果,其施用量为所施纯氮量的 1%左右,当它在土壤中的浓度为 1~10 毫克/千克时,对土壤硝化作用有明显的抑制作用,有效期约 30 天。对水稻、玉米、小麦、高粱、棉花、油菜等作物,一般可增产 10%左右,并可减少氮肥施用量 1/3~1/2,提高氮肥利用率,降低农业面源污染。

[0003] 目前国内外已有一些合成 6-氯-2-三氯甲基吡啶的制备方法的报导,如美国专利 US3424754,名称为“6-氯-2-三氯甲基吡啶的制备”报导的制备方法是通过将 2-甲基吡啶盐酸盐通入氯气,在 200℃ 条件下反应得到 75% 挥发型混合物,含有 90% 6-氯-2-三氯甲基吡啶,其中 6-氯-2-三氯甲基吡啶收率为 68%,总收率 50%,该方法的缺点是氯化过程中易产生焦油聚合物,很难处理;专利号为 US3420833 的美国专利,名称为“气相法生产多氯代吡啶化合物”的方法是将 2-甲基吡啶蒸汽同氯气在 400℃ 下,在稀释剂存在下反应后得到 6-氯-2-三氯甲基吡啶富集的混合物,由于该方法是气相反应,反应物料必须气化,因此它的缺点是能耗高;专利号为 US3418323 的美国专利,名称为“2-氯-6-三氯甲基吡啶化合物”的方法是通过氯气与 2-三氯甲基吡啶在 120℃~135℃ 下,在紫外灯光照射下液相进行反应制备 6-氯-2-三氯甲基吡啶,该方法的缺点是反应的选择性不高;专利号为 US4577027 的美国专利,名称为“2-甲基吡啶直接液相氯化法生产多氯化吡啶混合物”和公开号为 CN101314588A、名称为“2-氯-6-三氯甲基吡啶的制备方法”中国发明申请的方法是以 2-甲基吡啶的多氯化混合物为反应起始物料,在 100℃~250℃ 下,连续加入氯气和 2-甲基吡啶合成 2-氯-6-三氯甲基吡啶,这两个发明提供的方法的缺点其一是,所用 2-甲基吡啶的多氯化混合物是通过氯化 2-甲基吡啶盐酸盐制得,制备过程易产生焦油聚合物,产品总收率仅为 49%,另一缺点是,由于 2-甲基吡啶的氯化物多数具有挥发性,生产过程易造成物料管道堵塞,操作控制要求较高。

### 发明内容

[0004] 本发明的目的是提供一种新的 6-氯-2-三氯甲基吡啶的生产方法,以解决现有生产方法中存在的收率低、易生成焦油聚合物、物料堵塞管道等问题,从而实现提高反应选择性和产物收率,减少废物排放,更易于工业化生产的目的。

[0005] 本发明采用的技术方案是:

[0006] 本发明是以 2-甲基吡啶为起始原料,在氯苯、二氯苯、氯代三氟甲苯、硝基苯等溶剂存在下,在 130℃-205℃ 温度下通入过量氯气进行氯化反应,一步氯化直接得到含量

≥ 90% 的 6-氯-2-三氯甲基吡啶粗品,再经过精馏方法提纯粗品,得到纯度 ≥ 99.0% 的 6-氯-2-三氯甲基吡啶产品。

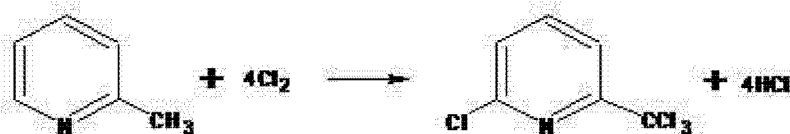
[0007] 由于 2-甲基吡啶的氯化反应是放热的,反应过程中若移热不及时极易产生局部过热现象,使 2-甲基吡啶生成焦油聚合物,从而导致反应选择性和产物收率不高;同时 2-甲基吡啶的氯化物具有挥发性,挥发性物质被反应生成的氯化氢和过量的氯气带出,在管道壁上沉积,就会引起管道堵塞,所以对生产操作控制要求较高。发明人经过大量研究实验发现,通过在 2-甲基吡啶的氯化反应过程中加入适当的溶剂,其一可以将反应产生的热量及时移出,避免 2-甲基吡啶由于局部过热生成焦油聚合物,其二溶剂部分气化后随反应生成的氯化氢和过量的氯气排出,会在管道壁上冷凝并溶解沉积物,因此,本发明克服了现有生产方法中存在的产物收率低、易生成焦油聚合物、物料堵塞管道等缺点,从而实现了提高反应选择性和产物收率,减少废物排放,更易于工业化生产的目的。

[0008] 具体来说本发明提供一种 6-氯-2-三氯甲基吡啶的生产方法,其生产过程包括以下步骤:

[0009] (1) 用部分溶剂将 2-甲基吡啶配制成溶液,反应釜内加入余量的溶剂并通入过量氯气,然后将 2-甲基吡啶溶液连续加入到反应釜内,于 130℃ ~ 205℃ 下进行氯化反应,GC 检测到 6-氯-2-二氯甲基吡啶含量 ≤ 0.5% 时,停止反应,得到 6-氯-2-三氯甲基吡啶粗品,本步的反应方程式如下:

[0010] 主反应:

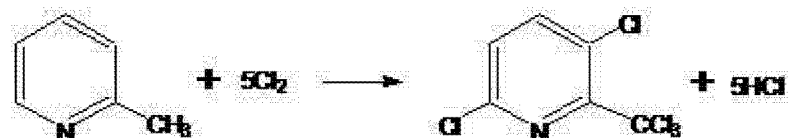
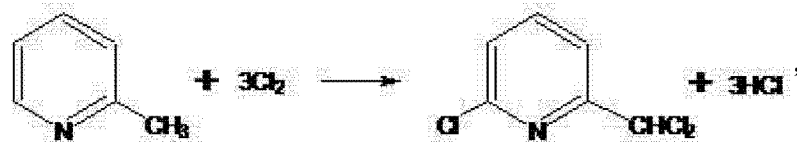
[0011]



[0012] 副反应:



[0013]



[0014] (2) 采用精馏方法提纯步骤(1)粗品,得到 6-氯-2-三氯甲基吡啶产品,

[0015] 其中,上述的溶剂选自卤代或硝基化的芳香族化合物,溶剂总量与 2-甲基吡啶的重量比为 0.1-10 : 1。本发明采用将起始原料 2-甲基吡啶配制成溶液进行投料,其目的是避免在反应过程中生成焦油聚合物,防止物料堵塞管道,同时改善投料条件,使操作控制更

加方便,生产过程更加安全和环保。

[0016] 作为优选方案,根据本发明所述的6-氯-2-三氯甲基吡啶的生产方法,其中,所述的步骤(1)中氯气与2-甲基吡啶的重量比为 $3.5\sim 10$ :1。按照此比例通入氯气,一方面可以很好的进行氯化反应,另一方面可使生产成本得到合理的控制。

[0017] 作为优选方案,根据本发明所述的6-氯-2-三氯甲基吡啶的生产方法,其中,所述的步骤(1)中用溶剂总量 $20\sim 30\%$ 的溶剂与2-甲基吡啶混合配制成原料溶液进行投料。采用 $25\%$ 左右溶剂溶解原料,其目的是避免在反应过程中生成焦油聚合物,防止物料堵塞管道。

[0018] 作为优选方案,根据本发明所述的6-氯-2-三氯甲基吡啶的生产方法,其中,所述的溶剂选自下列物质中一种:氯苯、二氯苯、三氟甲苯、氯代三氟甲苯、二氯代三氟甲苯、三氯代三氟甲苯或硝基苯。选择这些溶剂的理由是,这些溶剂与2-甲基吡啶有良好的互溶性,熔点、沸点与反应温度匹配。

[0019] 作为更优选方案,根据本发明所述的6-氯-2-三氯甲基吡啶的生产方法,其中,所述的氯代三氟甲苯包括2-氯三氟甲苯、3-氯三氟甲苯或4-氯三氟甲苯;所述的二氯代三氟甲苯包括2,3-二氯三氟甲苯、2,4-二氯三氟甲苯、2,5-二氯三氟甲苯、2,6-二氯三氟甲苯、3,4-二氯三氟甲苯或3,5-二氯三氟甲苯;所述的三氯代三氟甲苯包括2,3,4-三氯三氟甲苯、2,3,5-三氯三氟甲苯、2,3,6-三氯三氟甲苯、2,4,5-三氯三氟甲苯、2,4,6-三氯三氟甲苯或3,4,5-三氯三氟甲苯。

[0020] 作为优选方案,根据本发明所述的6-氯-2-三氯甲基吡啶的生产方法,其中,所述的步骤(1)的氯化反应按下述方法操作:

[0021] 反应釜内溶剂达到起始反应温度 $135^{\circ}\text{C}\sim 165^{\circ}\text{C}$ 后,阶段性升温保温,每段温度下反应时间为 $6\sim 15$ 小时或按每小时 $1\sim 2^{\circ}\text{C}$ 的频率升温,氯气和2-甲基吡啶溶液的加入速率随反应温度上升而提高或保持不变,直到2-甲基吡啶溶液加完,反应温度最后达到 $190^{\circ}\text{C}\sim 205^{\circ}\text{C}$ ,保持此时温度和氯气通入速率,GC跟踪检测到反应产物中的6-氯-2-二氯甲基吡啶含量 $\leq 0.5\%$ 时,即为反应终点,其中,氯气的通入速率为 $9\sim 60\text{kg/h}$ ;2-甲基吡啶溶液的加入速率为 $2\sim 35\text{kg/h}$ 。发明人研究发现,采取匀速升温和2-甲基吡啶原料溶液加入速率匀速提高是控制焦油聚合物生成的措施之一。

[0022] 作为优选方案,根据本发明所述的6-氯-2-三氯甲基吡啶的生产方法,其中,所述的步骤(2)的精馏方法按如下操作:

[0023] 在压力为 $2\text{kPa}$ 、精馏釜内温度为 $90^{\circ}\text{C}\sim 120^{\circ}\text{C}$ 、精馏塔顶温度为 $50^{\circ}\text{C}\sim 80^{\circ}\text{C}$ 及回流比为 $4\sim 8:1$ 的条件下,回收溶剂;在压力为 $2\text{kPa}$ 、精馏釜内温度为 $145^{\circ}\text{C}$ 、精馏塔顶温度为 $114^{\circ}\text{C}$ 及回流比为 $4\sim 8:1$ 的条件下,收集6-氯-2-三氯甲基吡啶产品。本发明采用的精馏设备为填料塔,填料为不锈钢丝网。

[0024] 作为更优选方案,根据本发明所述的6-氯-2-三氯甲基吡啶的生产方法,其中,所述的精馏方法中得到的回收溶剂及产品前馏分循环使用;得到的产品后馏分作为其它产品的原料。

[0025] 作为最优选方案,根据本发明所述的6-氯-2-三氯甲基吡啶的生产方法,其中,所述的产品前馏分包括2-三氯甲基吡啶、6-氯-2-二氯甲基吡啶;产品后馏分包括3,5-二氯-2-三氯甲基吡啶等。

[0026] 本发明与现有技术相比具有以下优点：

[0027] (1) 本发明反应过程无需使用催化剂和采用光照。

[0028] (2) 本发明采用溶剂液相氯化工艺, 生产过程中无焦油聚合物生成, 无物料堵塞管道现象发生, 使得生产过程控制更加简单易行。

[0029] (3) 本发明的 6- 氯 -2- 三氯甲基吡啶产品纯度  $\geq 99.0\%$ , 总收率  $\geq 60\%$ 。

[0030] (4) 本发明采用精馏分离提纯的方法, 精馏前馏分溶剂、2- 三氯甲基吡啶、6- 氯 -2- 二氯甲基吡啶等可以返回到反应系统循环使用, 从而降低生产成本; 后馏分 3, 5- 二氯 -2- 三氯甲基吡啶等可用于合成其他产品, 做到资源的综合利用。

### 具体实施方式

[0031] 下面结合实施例, 更具体地说明本发明的内容。应当理解, 本发明的实施并不局限于下面的实施例, 对本发明所做的任何形式上的变通和 / 或改变都将落入本发明保护范围。

[0032] 在本发明中, 若非特指, 所有的份、百分比均为重量单位, 所有的设备和原料等均可从市场购得或是本行业常用的。

[0033] 实施例 1

[0034] 在 300L 搪玻璃反应器中加入 4- 氯三氟甲苯 96kg, 高位计量槽中加入 2- 甲基吡啶 160kg 和 4- 氯三氟甲苯 20kg 配成 2- 甲基吡啶溶液。开启搅拌, 反应釜加热到 165℃ 后, 以每小时 9kg 通入氯气, 保持反应温度 165℃, 以每小时 2.25kg 加入 2- 甲基吡啶溶液, 反应 8 个小时; 反应温度提高到 170℃, 保温, 每小时氯气通入量提高到 12kg, 2- 甲基吡啶溶液加入量提高到 3.375kg/h, 反应 8 个小时; 反应温度提高到 180℃, 保温, 每小时氯气通入量提高到 15kg, 2- 甲基吡啶溶液加入量提高到 4.5kg/h, 反应 8 个小时; 反应温度提高到 190℃, 保温, 每小时氯气通入量提高到 27kg, 2- 甲基吡啶溶液加入量提高到 5.625kg/h, 反应 8 个小时; 反应温度提高到 195℃, 保温, 每小时氯气通入量提高到 33kg, 2- 甲基吡啶溶液加入量提高到 6.75kg/h, 反应 8 个小时后, 2- 甲基吡啶溶液累计加入量达到 180kg, 停止 2- 甲基吡啶溶液加入, 保持每小时氯气通入量 33kg, 温度 195℃, 再反应 2 小时, 取样 GC 分析, 6- 氯 -2- 二氯甲基吡啶含量  $\leq 0.5\%$  时, 停止氯气通入, 反应又进行了 2 小时, 氯气用量达到 900kg。通入  $N_2$  或空气至尾气中性, 反应釜温度降至 80℃, 氯化产物放入精馏釜。在压力为 2kPa、釜温为 100℃、精馏塔顶温度为 61℃ 及回流比为 6:1 的条件下, 回收溶剂; 在压力为 2kPa、釜温为 145℃、精馏塔顶温度为 114℃ 及回流比为 7:1 的条件下, 收集得到 6- 氯 -2- 三氯甲基吡啶产品 242.1 kg, 经 GC 分析, 含量为 99.3%, 熔点为 61℃ ~ 63℃, 总收率为 61%。

[0035] 实施例 2

[0036] 3000L 搪玻璃反应器中加入二氯苯 1820kg, 高位计量槽中加入 2- 甲基吡啶 260kg 和二氯苯 780kg, 配成 2- 甲基吡啶溶液。开启搅拌, 反应釜加热到 135℃ 后, 以每小时 50~60kg 小时通入氯气, 保持反应温度 135℃, 以每小时 35kg 加入 2- 甲基吡啶溶液, 反应 10 小时; 氯气和 2- 甲基吡啶溶液加入速度不变, 反应温度提高到 150℃, 保温, 反应 10 小时后, 反应温度提高到 160℃, 保温, 再反应 10 小时, 2- 甲基吡啶溶液累计加入量达到 1040kg 时, 停止加入 2- 甲基吡啶溶液, 以每小时 10~12kg 小时通入氯气, 温度提高到 190℃, 再反应 3 小时后, 每 1 小时取样 GC 分析, 6- 氯 -2- 二氯甲基吡啶含量  $\leq 0.5\%$  时, 停止氯气通入,

此时反应又进行了 2 个小时,氯气用量达到 1610kg。通入 N<sub>2</sub> 或空气至尾气中性,反应釜温度降至 80℃,氯化产物放入精馏釜。在压力为 2kPa、釜温为 105℃、精馏塔顶温度为 80℃及回流比为 7:1 的条件下,回收溶剂;在压力为 2kPa、釜温为 145℃、精馏塔顶温度为 114℃及回流比为 8:1 的条件下,得到 6-氯-2-三氯甲基吡啶 390 kg,经 GC 分析,含量 99.4%,熔点 60℃~63℃,总收率 60.5%。

#### [0037] 实施例 3

[0038] 300L 搪玻璃反应器中加入氯苯 20kg,高位计量槽中加入 2-甲基吡啶 240kg 和氯苯 4kg,配成 2-甲基吡啶溶液。开启搅拌,反应釜加热到 160℃后,每小时 15~20kg 通入氯气和每小时 2~3kg 加入 2-甲基吡啶溶液,保持反应温度 160℃,反应 6 小时;反应温度提高到 175℃,保温,氯气通入速度为 30~40kg/h 和 2-甲基吡啶溶液加入速度为 4~6kg/h,反应 12 小时;反应温度提高到 190℃,保温,氯气通入速度为 30~50kg/h 和 2-甲基吡啶溶液加入速度为 11~12kg/h,反应 15 小时;2-甲基吡啶溶液累计加入量达到 244kg 时,停止加入 2-甲基吡啶溶液,以每小时 20~22kg 小时通入氯气,温度 190℃,再反应 2 小时后,每 1 小时取样 GC 分析,6-氯-2-二氯甲基吡啶含量 ≤ 0.5% 时,停止氯气通入,此时反应又进行了 1 小时,氯气用量达到 1520kg。通入 N<sub>2</sub> 至尾气中性,反应釜温度降至 80℃,氯化产物放入精馏釜。在压力为 2kPa、釜温为 90℃、精馏塔顶温度为 52℃及回流比为 5:1 的条件下,回收溶剂;在压力为 2kPa、釜温为 145℃、精馏塔顶温度为 114℃及回流比为 4:1 的条件下,得到 6-氯-2-三氯甲基吡啶 365kg,经 GC 分析,含量 99.0%,熔点 60℃~63℃,总收率 61.3%。

#### [0039] 实施例 4

[0040] 以三氟甲苯取代 4-氯三氟甲苯,氯化反应同实施例 1 操作。在压力为 2kPa、釜温为 90℃、精馏塔顶温度为 50℃及回流比为 4:1 的条件下,回收溶剂;在压力为 2kPa、釜温为 145℃、精馏塔顶温度为 114℃及回流比为 6:1 的条件下,得 6-氯-2-三氯甲基吡啶 196.4 kg,经 GC 分析,含量 99.2%,熔点 61℃~63℃,总收率 60%。

#### [0041] 实施例 5

[0042] 以硝基苯取代 4-氯三氟甲苯,氯化反应同实施例 1 操作。在压力为 2kPa、釜温为 120℃、精馏塔顶温度为 80℃及回流比为 8:1 的条件下,回收溶剂;在压力为 2kPa、釜温为 145℃、精馏塔顶温度为 114℃及回流比为 5:1 的条件下,得 6-氯-2-三氯甲基吡啶 199.1kg,经 GC 分析,含量 99.1%,熔点 60℃~63℃,总收率 60.8%。

#### [0043] 实施例 6

[0044] 500L 搪玻璃反应器中加入 3,4,5-三氯三氟甲苯 120kg,高位计量槽中加入 2-甲基吡啶 260kg 和 3,4,5-三氯三氟甲苯 40kg,配成 2-甲基吡啶溶液。开启搅拌,反应釜加热到 130℃后,以每小时 50~60kg 小时通入氯气,反应温度每小时提升 1~2℃,以每小时 8~9kg 加入 2-甲基吡啶溶液,当 2-甲基吡啶溶液累计加入量达到 300kg 时,停止加入 2-甲基吡啶溶液,保持原有氯气通入速率,温度为 190~205℃,再反应 1 个小时后,每 1 小时取样 GC 分析,反应产物中 6-氯-2-二氯甲基吡啶含量 ≤ 0.5% 时,停止氯气通入,此时反应又进行了 2 小时,氯气用量达到 1570kg。通入 N<sub>2</sub> 至尾气中性,反应釜温度降至 80℃,放入精馏釜。在压力为 2kPa、釜温为 110℃、精馏塔顶温度为 64℃及回流比为 7:1 的条件下,回收溶剂;在压力为 2kPa、釜温为 145℃、精馏塔顶温度为 114℃及回流比为 5:1 的条件下,得到 6-氯-2-三氯甲基吡啶 406 kg,经 GC 分析,含量 99.0%,熔点 60℃~63℃,总收率 63%。

[0045] 上述实施例仅仅是对本发明技术方案的优选实施方式的阐述,研究表明,根据本发明发明内容部分和上述实施例的揭示,在所揭示的如溶剂种类和用量、各种工艺参数范围内等等,本领域技术人员作出合理调整都可以获得如上述实施例的技术效果,因此,本发明不再一一赘述。

[0046] 尽管发明人已经对本发明的技术方案做了较为详细的阐述和列举,应当理解,对于本领域一个熟练的技术人员来说,对上述实施例作出修改和 / 或变通或者采用等同的替代方案是显然的,都不能脱离本发明精神的实质,本发明中出现的术语用于对本发明技术方案的阐述和理解,并不能构成对本发明的限制。