

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.

C07C 211/52 (2006.01)

C07C 209/74 (2006.01)



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200710134747.6

[43] 公开日 2008年3月19日

[11] 公开号 CN 101143829A

[22] 申请日 2007.10.16

[21] 申请号 200710134747.6

[71] 申请人 南通市东昌化工有限公司

地址 226401 江苏省如东县马塘镇建设路 40
-1 号

[72] 发明人 陶坤山 张建华 谢兵 于海军

[74] 专利代理机构 南通市科伟专利事务所有限公司
代理人 葛雷

权利要求书 2 页 说明书 3 页

[54] 发明名称

2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺的生产方法

[57] 摘要

本发明公开了一种 2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺的生产方法,依次包括反应、脱除溶剂、真空精馏等步骤。本发明易操作,产品质量好,产品纯度达 99.5% 以上。

1、一种 2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺的生产方法，其特征是：依次包括下列步骤：

(1) 反应：将对三氟甲基苯胺原料加入溶剂中，在反应釜中通入氯气进行氯化反应生成 2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺的混合物，副产的盐酸尾气用于回收盐酸；

(2) 脱除溶剂：将 2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺混合物，脱除溶剂后，加入碱中和，得 2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺粗品；

(3) 真空精馏：将 2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺粗品送入精馏装置进行真空精馏精制得成品。

2、根据权利要求 1 所述的 2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺的生产方法，其特征是：步骤 (3) 的具体方法是：将 2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺粗品泵入脱氢蒸馏釜内 60~80℃加热蒸发，蒸出低沸点的蒸气，脱氢蒸馏釜中的釜料泵入精馏塔蒸馏釜中，在真空条件下加热 70~90℃蒸发，2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺的蒸气进入精馏塔，从塔顶收集 2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺精制成品。

3、根据权利要求 1 或 2 所述的 2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺的生产方法，其特征是：步骤 (1) 中的溶剂为甲苯、二氯乙烷、三氯甲烷、冰乙酸或四氯化碳。

4、根据权利要求 1 或 2 所述的 2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺的生产方法，其特征是：步骤 (1) 中的三氟甲基苯胺原料与溶剂的用量比按重量计为：1:2.5~4.0。

5、根据权利要求 2 所述的 2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺的生产方

法，其特征是：蒸出的低沸点蒸气，进入脱轻塔内，在真空条件下自下而上经过填料层，脱除 2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺粗品中的轻组分。

2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺的生产方法

技术领域：

本发明涉及一种 2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺的生产方法。

背景技术：

2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺是一种很有价值的农药中间体，主要用于合成新型的高效低毒的农药锐劲特，锐劲特是国际上和我国农业部近年来积极推广的农药新品种，其应用范围越来越广。现有的工艺复杂，产品质量不佳。

发明内容：

本发明的目的在于提供一种产品质量好，易操作的 2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺的生产方法。

本发明的技术解决方案是：

一种 2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺的生产方法，其特征是：依次包括下列步骤：

(1) 反应：将对三氟甲基苯胺原料加入溶剂中，在反应釜中通入氯气进行氯化反应生成 2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺的混合物，副产的盐酸尾气用于回收盐酸；

(2) 脱除溶剂：将 2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺混合物，脱除溶剂后，加入碱中和，得 2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺粗品；

(3) 真空精馏：将 2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺粗品送入精馏装置进行真空精馏精制得成品。

步骤(3)的具体方法是：将2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺粗品泵入脱氢蒸馏釜内60~80℃加热蒸发，蒸出低沸点的蒸气，脱氢蒸馏釜中的釜料泵入精馏塔蒸馏釜中，在真空条件下加热70~90℃蒸发，2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺的蒸气进入精馏塔，从塔顶收集2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺精制品。

步骤(1)中的溶剂为甲苯、二氯乙烷、三氯甲烷、冰乙酸或四氯化碳。步骤(1)中的三氟甲基苯胺原料与溶剂的用量比按重量计为：1:2.5~4.0。

蒸出的低沸点蒸气，进入脱轻塔内，在真空条件下自下而上进过填料层，脱除2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺粗品中的轻组分。

本发明易操作，产品质量好，产品纯度达99.5%以上。

下面结合实施例对本发明作进一步说明。

具体实施方式：

一种2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺的生产方法，依次包括下列步骤：

(1) 反应：将对三氟甲基苯胺原料加入溶剂中，在反应釜中通入氯气进行氯化反应生成2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺的混合物，副产的盐酸尾气用于回收盐酸出售；

(2) 脱除溶剂：将2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺混合物，经脱溶釜加热蒸发完全脱除溶剂后，加入碱中和，得2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺粗品；

(3) 真空精馏：将2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺粗品泵入脱氢蒸馏釜内60~80℃加热蒸发，蒸出低沸点的蒸气，脱氢蒸馏釜中的釜料从釜底泵入精馏塔蒸馏釜中，在真空条件下加热70~90℃蒸发，2,6-

二氯-4-三氟甲基苯胺的蒸气进入精馏塔，自下而上通过填料层，从塔顶收集 2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺精制品。上述蒸出的低沸点蒸气，进入脱轻塔内，在真空条件下自下而上进过填料层，脱除 2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺粗品中的轻组分。

步骤（1）中的溶剂为甲苯（或二氯乙烷或三氯甲烷或冰乙酸或四氯化碳）。

步骤（1）中的三氟甲基苯胺原料与溶剂的用量比按重量计为：
1:2.5~4.0（例 1:2.5、1:3.3、1:4.0）。