

# 宿迁品质材料中间体联系方式

发布日期: 2025-09-24

第二种是先滴加发烟硫酸、待原料溶清后再滴加发烟硝酸。采用第一种滴加方式时，步骤具体为：将原料和溶剂投入反应器内，控制体系温度30~35℃，搅拌使原料溶解完全；然后滴加由发烟硝酸和发烟硫酸组成的混酸，滴加完毕后保温反应，取样分析确定反应终点。滴加混酸时的温度不大于40℃，推荐为20~35℃。采用第二种滴加方式时，步骤具体为：将原料和溶剂投入反应器内，搅拌下向反应器中滴加发烟硫酸，滴加完毕保温反应使原料溶解完全；然后滴加发烟硝酸，滴加完毕后保温反应，取样分析确定反应终点。所述发烟硫酸、硫硝酸的滴加温度均不大于40℃，发烟硫酸的滴加温度推荐为10~35℃，发烟硝酸的滴加温度推荐为20~35℃。所述步骤中，冰水温度的不高于10℃，推荐为-5~0℃；水相用溶剂进行二次萃取后与有机相合并，再进行洗涤；所述有机相的洗涤剂为5%碳酸钠溶液和纯水。由于采用了上述技术方案，本发明的有益效果在于：1、本发明提供了一种农药中间体芳基三唑啉酮类化合物的制备方法，在硝化体系中引入了溶剂，并调整了硝化试剂的种类、优化了反应条件，使得产品的纯度进一步提高，同时产品产量不降低，反应收率与现有技术硝化方法的收率相当或略有提高。材料中间体材料质量哪家好？推荐咨询常州泰涵化工科技有限公司。宿迁品质材料中间体联系方式

③ $\times 250\text{mm}5\mu\text{m}$ ④ $\times \mu\text{m}$ ⑤ $\times 150\text{mm}5\mu\text{m}$ ⑥ $\times 150\text{mm}5\mu\text{m}$ ⑦ $\times 150\text{mm}5\mu\text{m}$ 从总分析时间与对杂质的分离度综合考虑，更终选择的色谱柱为 $\times 150\text{mm}5\mu\text{m}$ 分别考察了30℃、35℃、40℃、45℃等4个柱温下对杂质的分离情况，峰型，总分析时间等结果，更终选择的柱温为40℃。更终选择meoh作为有机相。流速：用较低极性流动相与较高流速，确定极性更小的杂质，分析主峰后杂质的情况。流速：用较高极性的流动相增长主物质的保留时间，确定主峰前杂质的存在情况，并考察主峰里面是否还包裹有未分离的杂质；通过调整流动相梯度，已达到较好的杂质分离度，较短的分析时间，更终选择的流动相比例设置如下：称取标准品100mg(精确至)于100ml容量瓶中，加入适量的dcm溶解后定容至刻度，摇匀，得到1mg/ml的标准品母液，逐步稀释成100mg/l、80mg/l、60mg/l、40mg/l、20mg/l、10mg/l、5mg/l的系列标准溶液，过，以峰面积为纵坐标，浓度为横坐标，描绘曲线。称取样品大约50mg(精确至)于25ml容量瓶中，适量dcm溶解后定容并摇匀，用移液管移取1ml于25ml容量瓶中dcm定容后摇匀，取适量过，装瓶上机检测，用标准曲线读出含量，根据公式计算出实际含量。宿迁品质材料中间体联系方式材料中间体价格哪家便宜？欢迎咨询常州泰涵化工科技有限公司。

2、向反应体系中引入溶剂，发烟硫酸的用量大降低，进而使得处理用水量、萃取用溶剂量都相应降低，从源头上降低了酸性废水的产量，即减少了冰水用量和危废水处理量，又大改善了工人的操作环境，清洁环保；3、反应的选择性高，特别是对硝化异构杂质和氧化杂质有非常好

的抑制作用，提高了产品纯度；4、溶剂的引入使得反应体系的粘度降低，生成的反应热可以及时扩散、不易聚集，反应温度容易控制；即缩短了滴加发烟硫酸、发烟硝酸的时间，又能控制高温带来的副反应，保证产品纯度，降低了工业化生产的安全风险；5、溶剂的引入使得对原料芳基三唑啉酮的溶解度大于发烟硫酸，原料可在溶剂中充分溶解分散，避免了出现原料包裹、反应不完全的问题；采用二氯乙烷做溶剂时，可对待硝化的原料进一步进行回流分水，控制原料中的水份，提高硝化反应的脱水值，有利于产品中氧化杂质的控制；6、本发明反应过程简单，使用设备常规，生产安全性高，投料风险低，适合工业化规模化推广。附图说明图1为实施例1产品的核磁共振氢谱图；图2为实施例1产品的高效液相图谱；图3为对比例1产品的高效液相图谱；图4为对比例2产品的高效液相图谱。

本文单独或组合使用的术语“杂”是指除碳和氢之外的原子。杂原子自立地选自氧、氮、硫、磷、硅、硒和锡，但不限于这些原子。在出现两个或更多杂原子的实施方式中，所述两个或更多杂原子可彼此相同，或者所述两个或更多杂原子中的一些或全部彼此不同。本文单独或组合使用的术语“烷基”是指任选取代的直链或任选取代的支链的一价饱和烃。本文的“烷基”可具有1-约18个碳原子，或具有1-约10个碳原子，推荐1-6个碳原子。本文单独或组合使用的“低级烷基”是指碳数较少的烷基，例如其具有1-约8个碳原子，推荐1-约6个碳原子，或1-约4个碳原子。本文的烷基实例包括但不限于甲基、乙基、正丙基、异丙基、2-甲基-1-丙基、2-甲基-2-丙基、2-甲基-1-丁基、3-甲基-1-丁基、2-甲基-3-丁基、2, 2-二甲基-1-丙基、2-甲基-1-戊基、3-甲基-1-戊基、4-甲基-1-戊基、2-甲基-2-戊基、3-甲基-2-戊基、4-甲基-2-戊基、2, 2-二甲基-1-丁基、3, 3-二甲基-1-丁基、2-乙基-1-丁基、正丁基、异丁基、仲丁基、叔丁基、正戊基、异戊基、新戊基、叔戊基和己基，以及更长的烷基基团，如庚基和辛基等。本文中出现数字范围时。材料中间体价钱多少？欢迎咨询常州泰涵化工科技有限公司。

使芳基三唑啉酮(x)f完全溶解；温度保持30-35℃，滴加发烟硝酸(95%，)；滴加完毕后保温反应6小时，取样进行液相分析\s2\确定反应完全后，将物料分批缓慢放入100g冰水中，搅拌15min\静置分层，分出的酸性水相用150g×2的1, 2-二氯乙烷分两次进行萃取，有机相合并，依次用100g5\碳酸钠溶液\100g水进行洗涤；然后常压脱溶回收1, 2-二氯乙烷，溶剂回收完毕后对产物进行干燥，得硝化芳基三唑啉酮(x)f\重量。经检测，所得产物硝化芳基三唑啉酮(x)f的含量为98%，其中，硝基异构体分别为5, 3, 6-位和氧化杂质比例为；反应收率为%；反应生成废酸121g()\测定所得固体产物的核磁共振氢谱数据如下\1hnmr(500mhz,d6-cdcl3):\δ(d,1h),(dd,1h),(m,1h),(d,3h)\实施例2s1\向500ml四口瓶中依次加入氯仿150g和芳基三唑啉酮(x)f50g(95\，)搅拌下向反应器中滴加发烟硫酸(%，)，控制溶解温度维持在30~35℃，保温搅拌1小时，使芳基三唑啉酮(x)f完全溶解；温度保持30-35℃，滴加发烟硝酸(95%，)；滴加完毕后保温反应4小时，取样进行液相分析\s2\确定反应完全后，将物料分批缓慢放入100g冰水中，搅拌15min\静置分层，分出的酸性水相用150g×2的氯仿分两次进行萃取。材料中间体哪里便宜？欢迎咨询常州泰涵化工科技有限公司。宿迁品质材料中间体联系方式

材料中间体厂家，欢迎咨询常州泰涵化工科技有限公司。宿迁品质材料中间体联系方式

水相用乙酸乙酯()萃取。合并有机相，用饱和食盐水()洗涤，加入无水硫酸钠干燥。滤除干燥剂后，真空浓缩去除溶剂，所得残余物减压浓缩得到无色透明液体(266g)收率：90%)，该液体产物遇冷会迅速固化<sup>1</sup>hnmr(cdcl3)δ(2h)m)(2h)s)(2h)q)(6h)s)(3h)m)实施例33-氨基-6-氯-2-氟苯甲酸乙酯(式ii-0)化合物的制备向3l三口反应瓶中加入式vi-0化合物(286g)乙醇()和水(400ml)搅拌均匀，加入三乙胺(389g)和盐酸羟胺(997g)反应体系在80℃下剧烈搅拌24小时，减压浓缩去除大部分乙醇，加入水()和乙酸乙酯()，搅拌并分液，所得水相用乙酸乙酯(1l)萃取两次，合并有机相并用饱和食盐水(2l)洗涤，加入无水硫酸钠干燥，过滤，减压浓缩，得到无色液体(140g)收率90%)<sup>1</sup>hnmr(cdcl3)δ(1h)dd(j,j)(1h)t(j)(2h)q(j)(2h)s)(3h)m)实施例46-氯-2-氟-3-[3-氟-n-(3-氟-丙基磺酰基)丙基磺酰氨基]苯甲酸乙酯(式viii-0)的制备向3l三口反应瓶中加入式ii-0化合物(162g)三乙胺(244g)和二氯甲烷(970ml)搅拌10分钟至体系混合均匀，然后缓慢滴加3-氟-1-丙基磺酰氯(244g)控制体系温度低于20℃，滴加完成后，常温搅拌3小时。宿迁品质材料中间体联系方式

常州泰涵化工科技有限公司致力于化工，是一家贸易型公司。公司自成立以来，以质量为发展，让匠心弥散在每个细节，公司旗下光引发剂深受客户的喜爱。公司秉持诚信为本的经营理念，在化工深耕多年，以技术为先导，以自主产品为重点，发挥人才优势，打造化工良好品牌。常州泰涵立足于全国市场，依托强大的研发实力，融合前沿的技术理念，飞快响应客户的变化需求。