

分析杀菌剂噻唑酰胺的合成工艺

刘世勇 (广东广康生化科技股份有限公司, 广东 清远 513052)

摘要: 噻唑酰胺是高效内吸性杀菌剂的重要组成部分, 提高噻唑酰胺的生产和合成技术, 是提高杀菌剂质量和效果的重要方式。本文首先对杀菌剂噻唑酰胺的合成试验进行了详细的说明; 其次, 在此基础上进一步提出了杀菌剂噻唑酰胺的合成技术, 为提高杀菌剂噻唑酰胺的纯度和杀菌效果, 提供一些可行性的参考建议。

关键词: 杀菌剂; 噻唑酰胺; 合成工艺

噻唑酰胺是农业杀菌剂中的核心组成部分, 从目前我国的发展情况来看, 对于噻唑酰胺的生产和合成技术还不够完善, 基于此, 本文以三氟乙酰乙酸乙酯(A)为主要原料, 来进一步探究杀菌剂噻唑酰胺的合成工艺, 并且更好地提高杀菌剂噻唑酰胺的纯度以及最终的杀菌效果, 为农业生产提供更多的有效帮助。

1 杀菌剂噻唑酰胺的合成实验

1.1 试验设备

首先, 在合成杀菌剂噻唑酰胺时, 需要应用到许多类型的试剂, 其中三氟甲基邻二溴苯氨需要通过自制来获得, 能够更好地保证试验效果; 三氟乙酰乙酸乙酯和硫代乙酰胺作为主要的试验原料, 采取工业级的标准即可; 而试验过程中所需要的催化剂和缚酸剂, 如甲苯、四丁基溴化铵、聚乙二醇表面活性剂等试剂, 需要对其进行分析和提纯, 再进行后续的试验环节。其次, 杀菌剂噻唑酰胺合成试验所需要的试验设备包括显微测熔仪、液相色谱仪、气相色谱仪、红外光谱仪等设备, 来更加精准的完成杀菌剂噻唑酰胺合成试验。

1.2 实验原理

在进行杀菌剂噻唑酰胺合成试验时, 最为主要的就是对 2-氯-4,4,4-三氟乙酰乙酸乙酯、2-甲基-4-三氟甲基-5-噻唑甲酸以及噻唑酰胺的制备, 并在此基础上通过调节试验温度、试验时间以及试剂等方式, 来更好地提升噻唑酰胺合成实验的效果, 从而进一步提高杀菌剂噻唑酰胺的质量。而杀菌剂噻唑酰胺的合成, 就是先对 2-氯-4,4,4-三氟乙酰乙酸乙酯进行制备, 然后在此基础上生成 2-甲基-4-三氟甲基-5-噻唑甲酸乙酯, 进而水解成 2-甲基-4-三氟甲基-5-噻唑甲酸, 制备出 2-甲基-4-三氟甲基-5-噻唑酰氯之后, 最终合成为噻唑酰胺^[1]。

2 杀菌剂噻唑酰胺的合成技术

2.1 2-氯-4,4,4-三氟乙酰乙酸乙酯制备技术

氯化试剂的主要成分为硫酰氯和氯气, 使用氯气作为氯化试剂, 具有一定的难度, 如果没有对试验条件进行合理控制, 将会导致试验的过程中出现二氯代和三氯代等产物, 进而影响噻唑酰胺的浓度。基于此, 在对 2-氯-4,4,4-三氟乙酰乙酸乙酯进行制备时, 可以将硫酰氯作为主要的氯化试剂; 同时, 还要确保整个试验在低温环境下进行, 避免产生二氯代三氯代产物。

比如说, 在制备 2-氯-4,4,4-三氟乙酰乙酸乙酯时, 可以将三氟乙酰乙酸乙酯与氯化试剂的比例控制在 1:1 的

状态下, 然后通过控制反应温度来进一步调节噻唑酰胺的纯度。当反应时间在 8h 时, 如果 2-氯-4,4,4-三氟乙酰乙酸乙酯的反应温度在 20℃-30℃之间, 那么其收率将会随着反应温度的增加而增加, 并且高于反应温度在 30℃-35℃之间的收率。而将反应时间控制在 15h 时, 2-氯-4,4,4-三氟乙酰乙酸乙酯的收率将会随着反应温度的增加而降低。由此可知, 当反应温度处于 30℃时, 可以将反应时间缩短至 8h; 此时, 将其进行剧烈搅拌, 并且采取常压蒸馏的方式, 能够进一步提高 2-氯-4,4,4-三氟乙酰乙酸乙酯的浓度, 为杀菌剂噻唑酰胺的合成奠定基础。

2.2 2-甲基-4-三氟甲基-5-噻唑甲酸制备技术

在对 2-甲基-4-三氟甲基-5-噻唑甲酸进行制备之前, 需要先利用 2-氯-4,4,4-三氟乙酰乙酸乙酯来进一步制备 2-甲基-4-三氟甲基-5-噻唑甲酸乙酯, 通过对 2-甲基-4-三氟甲基-5-噻唑甲酸乙酯进行水解来更好地提高 2-甲基-4-三氟甲基-5-噻唑甲酸的纯度。

在利用 2-氯-4,4,4-三氟乙酰乙酸乙酯制备 2-甲基-4-三氟甲基-5-噻唑甲酸乙酯时, 需要利用乙腈作为溶剂, 虽然乙腈溶剂的试验效果更好, 但由于具有一定的毒性, 因此对于杀菌剂的影响也比较大, 此时, 可以利用甲苯来代替乙腈作为 2-甲基-4-三氟甲基-5-噻唑甲酸乙酯的制备溶剂, 选择三乙胺作为缚酸剂, 通过提高反应温度来降低反应时间, 更好地提高反应效率。在投料和反应温度相同的情况下, 反应时间越长, 2-甲基-4-三氟甲基-5-噻唑甲酸乙酯的纯度也就越高, 而 2-甲基-4-三氟甲基-5-噻唑甲酸乙酯的纯度也直接影响了 2-甲基-4-三氟甲基-5-噻唑甲酸的制备收率和浓度。

除此之外, 当 2-甲基-4-三氟甲基-5-噻唑甲酸乙酯进行水解之后, 可以通过加入活性炭来进行脱色, 进一步保证 2-甲基-4-三氟甲基-5-噻唑甲酸的纯度, 并且在一定程度上提高了 2-甲基-4-三氟甲基-5-噻唑甲酸的制备效果。同时, 相转移催化剂也是 2-甲基-4-三氟甲基-5-噻唑甲酸乙酯反应过程中的重要试剂, 对于提升 2-甲基-4-三氟甲基-5-噻唑甲酸乙酯的反应效果有着十分关键的作用。

2.3 2-甲基-4-三氟甲基-5-噻唑酰氯制备技术

2-甲基-4-三氟甲基-5-噻唑酰氯是在 2-甲基-4-三氟甲基-5-噻唑甲酸的基础上生成的, 在制备 2-甲基-4-三氟甲基-5-噻唑酰氯时, 对于氯化试剂的选择十分关键, 比如说, 三氯氧磷的反应效果虽然 (下转第 76 页)

晶度,最高者可达94%,除此之外,还具有40万到100万之间的分子量,具有良好的化学稳定性。除此之外,还可以被应用在心血管系统当中,例如,可以修复血管等等。

3.2 液态硅胶

其不仅能够防水防潮,而且还能够有效抵抗各种酸碱化学物质侵蚀,其还具有的独特优势包括优异的透明度以及抗撕裂强度、较好透气性以及耐热老化性等等,由于液态硅胶不含有任何有害物质,同时不容易变形,因此在医用器材领域中,被制成各种医用硅胶制品,包括液态硅胶呼吸罩、液态硅胶防护口罩、液态硅胶防护面罩、一次性引流球等医用硅胶器材。此外,其还广泛用于医疗电子产品领域,能够有效防水以及防尘抗摔打^[4]。

3.3 PCTG

PCTG主要是一种非晶型共聚酯,其不仅具有良好的透明效果,优异的抗冲击性能,而且还可以有效抵抗化学腐蚀,其粘性以及颜色也具有特色的优势,此外,其在热成型或挤出吹塑成型还具有独特的速度优势,因此具有良好的加工成型性能。目前在医疗器械领域中,普遍产生的PCTG注塑产品包括过滤器、耳咽管、管子连接件、泵、夹子以及透析设备等等。

4 医用高分子材料的应用

4.1 人工组织

医用高分子材料在医学临床上的使用包括人工关节、骨头牙根等等,并且该类材料所涉及的各个医学专科还包括口腔科、整形、外科等等,有效结合人体各种组织的同时,该种材料还可以有效代替组织机械性能,一般所用到的非降解高分子材料包括聚甲基丙烯酸甲酯以及聚乙烯等。

4.2 人工脏器

借助医用高分子材料,可以由外在使用的人工脏器进

而有效转化为内植入的人工脏器,对于合成材料的缺点进行有效克服,我们需要将酶和生物细胞有效在合成高分子材料上进行固定,从而使各种制造产生的脏器,能够对医学要求进行有效满足。应用软组织材料所做成的人工器官,在引起人们重视的同时,拥有非常广阔的应用前景,各种应用高分子材料所制造的人工肺、人工心脏等不断完善的人工脏器性能,在临床上将会得到更多应用。例如,对于人工肺的研究,所使用的材料包括聚乙烯、醋酸纤维素等等,但由于其具有非常差的气体透过性,因此这些材料所制作的人工肺逐渐被淘汰,但是目前运用富氧膜有硅橡胶、PAS以及硅酮的材料,可以用来有效研究性能更好的人工肺。

5 结论

医学医疗中高分子材料的应用具有非常稳定的性能和环保效果,医用高分子材料具有多种类别,但是也需要做好消毒灭菌工作,为医学领域做出巨大贡献,但是对于各种材料的使用,我们还需要不断进行更新和改进,使其所具有的最优质的效果能够在医疗当中得到有效显现。

参考文献:

- [1] 黄琼俭,徐益.生物医用高分子材料在药物控释系统中的应用[J].生物技术世界,2013(02):82.
- [2] 刘亚军,黄华.医用高分子材料在医疗领域的应用及前景[J].医疗卫生装备,2012(06):72-73.
- [3] 赵立新.医用高分子材料在医疗器械中的应用分析[J].电子测试,2015(18):40-41.
- [4] 梅建国,庄金秋,汤少伟,王艳,马力,莫玲,沈志强.生物医用高分子材料的生物相容性及其表面改性技术[J].材料导报,2014(19):139-142+146.

(上接第74页)较好,但是具有一定的污染性,因此并不适合作为2-甲基-4-三氟甲基-5-噻唑酰氯制备的氯化试剂;而固体光气在反应的过程中,还需要添加溶剂,大大增加了反应成本和时间,因此,氯化亚砷是2-甲基-4-三氟甲基-5-噻唑酰氯制备的最佳氯化试剂。同时,过量的氯化亚砷还能够作为反应溶剂,有效提高了2-甲基-4-三氟甲基-5-噻唑酰氯制备效率,使其省去了提纯环节,在提高反应效率的同时,也为后续的试验环节提供了坚实的基础,只需要在2-甲基-4-三氟甲基-5-噻唑甲酸的基础上加入氯化试剂,就可以得到2-甲基-4-三氟甲基-5-噻唑酰氯。

2.4 噻唑酰胺制备技术

在各类中间体制备完成之后,就可以对噻唑酰胺进行制备和合成了,此时,可以对2-甲基-4-三氟甲基-5-噻唑酰氯进行胺解反应,来更好地制备噻唑酰胺。值得注意的是,由于2-甲基-4-三氟甲基-5-噻唑酰氯的活性较低,因此在制备噻唑酰胺时,必须要添加催化剂和缚酸剂,从而更好地提高最终的反应效果。例如:四丁基溴化铵是一种季铵盐性催化剂,相比较于聚乙二醇表面活性剂来说,利用四丁基溴化铵作为催化剂能够让噻唑酰胺的反

应收率更高;同时,对于噻唑酰胺制备试验中的缚酸剂来说,常见的缚酸剂包括三乙胺、吡啶、碳酸钠等类型,而为了更好地保证噻唑酰胺的纯度,在最终的制备环节中,可以使用N,N-二甲苯胺作为主要的缚酸剂,与四丁基溴化铵共同使用可以使噻唑酰胺的纯度提高到98%以上,进而更好地提升杀菌剂的质量^[2]。

3 结论

综上所述,通过对杀菌剂噻唑酰胺进行合成试验,可以明确无溶剂反应法能够让杀菌剂噻唑酰胺的合成反应更加完善,有利于对杀菌剂噻唑酰胺合成试验进行后处理;而溶剂归一化的试验方式也通过甲苯让杀菌剂噻唑酰胺的合成实验更好地进行,不仅能够提升噻唑酰胺的生产效率,并且能够增强噻唑酰胺的浓度。

参考文献:

- [1] 李潇潇,丁书茂,杨旭,等.噻唑酰胺人工抗原的合成及酶联免疫吸附分析方法的建立[J].分析化学,2018(1):27-32.
- [2] 龚洋,雷正达,税丹,等.超高效液相色谱-串联质谱法快速测定马铃薯中多种酰胺类杀菌剂方法的研究[J].食品与发酵科技,2019,055(003):95-99.