



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103204823 B

(45) 授权公告日 2015. 07. 15

(21) 申请号 201310084775. 7

(22) 申请日 2013. 03. 18

(73) 专利权人 寿光新泰精细化工有限公司

地址 262714 山东省潍坊市寿光市渤海化工  
园黄海路 9 号

(72) 发明人 戴明本

(74) 专利代理机构 上海精晟知识产权代理有限  
公司 31253

代理人 杨军

(51) Int. Cl.

C07D 275/04(2006. 01)

审查员 宋时雨

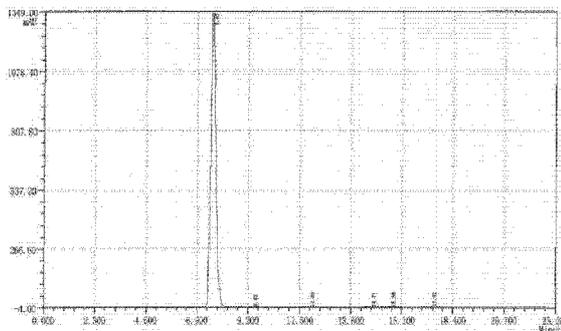
权利要求书1页 说明书2页 附图2页

(54) 发明名称

一种 1,2- 苯并异噻唑 -3- 酮的提纯方法

(57) 摘要

本发明属于精细化工领域,涉及一种 1,2- 苯并异噻唑 -3- 酮(BIT)的提纯方法,通过采用水溶性极性质子溶剂与水混合作溶剂重结晶,以得到雪白颗粒状的 1,2- 苯并异噻唑 -3- 酮,具体步骤为,将水溶性极性质子溶剂与水混合作溶剂,将所得溶剂与 1,2- 苯并异噻唑 -3- 酮混合,升温至全溶,脱色过滤,得滤液,将所得滤液冷却降温,过滤得 1,2- 苯并异噻唑 -3- 酮晶体,并干燥所得晶体;本发明避免了使用酸碱及大量水,极大减少了污染,所得产品不仅质量好,含量高,杂质少,而且所得产品为颗粒状,可以防止 BIT 粉层被人体吸入,因为 BIT 对人的呼吸道有严重刺激作用,极大改善了操作条件;同时颗粒状产品容易干燥,不带结晶水后,对需要无水状态的 BIT 的生产工艺将会有很大的好处。



1. 一种 1,2- 苯并异噻唑 -3- 酮的提纯方法,其特征在于,包括以下步骤:

1) 将水溶性极性质子溶剂与水混合作溶剂,将所得溶剂与 1,2- 苯并异噻唑 -3- 酮混合,升温至全溶,脱色过滤,得滤液,所述水溶性极性质子溶剂为甲醇、乙醇中的一种或者两种的组合,其中,1,2- 苯并异噻唑 -3- 酮与水溶性极性质子溶剂质量比为 1.5-4.5,水与 1,2- 苯并异噻唑 -3- 酮质量比为 0.5-1.5;

2) 将所得滤液冷却降温,过滤得 1,2- 苯并异噻唑 -3- 酮晶体,并干燥所得晶体。

2. 如权利要求 1 所述的方法,其特征在于:步骤 1) 中 1,2- 苯并异噻唑 -3- 酮与溶剂溶解温度为 40-120℃。

3. 如权利要求 1 或 2 所述的方法,其特征在于:步骤 2) 中冷却温度为 0-35℃。

4. 如权利要求 3 所述的方法,其特征在于:步骤 2) 中冷却降温时间为 1.5-8h。

5. 如权利要求 4 所述的方法,其特征在于:步骤 2) 中冷却降温时,对滤液进行搅拌,搅拌速度为 25-55RPM。

## 一种 1,2- 苯并异噻唑 -3- 酮的提纯方法

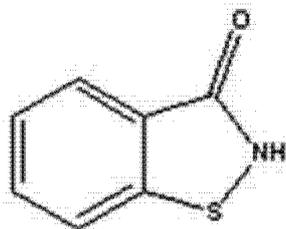
### [ 技术领域 ]

[0001] 本发明属于精细化工领域,涉及化合物的提纯方法,具体地说是一种 1,2- 苯并异噻唑 -3- 酮的提纯方法。

### [ 背景技术 ]

[0002] 1,2- 苯并异噻唑 -3- 酮 (BIT, 式 I ) 广泛应用于杀菌剂、防腐剂,其传统的提纯方法是采用酸碱法,以大量水为溶剂,先用液碱溶解,而后用盐酸析出,得到 1,2- 苯并异噻唑 -3- 酮粉末。然而,该提纯方法存在以下不足之处:不仅会产生大量的含盐废水,产品质量低,而且粉尘多,操作条件差。

[0003]



式 I

[0004] 因此,若能提供一种避免使用酸碱及大量水,减少污染,且产品质量好,含量高,极大改善操作条件的 1,2- 苯并异噻唑 -3- 酮提纯方法,将具有非常重要的意义。

### [ 发明内容 ]

[0005] 本发明的目的就是要解决上述的不足而提供一种 1,2- 苯并异噻唑 -3- 酮的提纯方法,不仅避免了使用酸碱及大量水,极大减少了污染,而且所得产品质量好,含量高,杂质少,极大改善了条件。

[0006] 为实现上述目的设计一种 1,2- 苯并异噻唑 -3- 酮的提纯方法,包括以下步骤:

[0007] 1) 将水溶性极性质子溶剂与水混合作溶剂,将所得溶剂与 1,2- 苯并异噻唑 -3- 酮混合,升温至全溶,脱色过滤,得滤液,所述水溶性极性质子溶剂为甲醇、乙醇中的一种或者两种的组合,其中,1,2- 苯并异噻唑 -3- 酮与水溶性极性质子溶剂质量比为 1.5-4.5,水与 1,2- 苯并异噻唑 -3- 酮质量比为 0-2;显然该水溶性极性质子溶剂也可以为醋酸、丙酮、丙醇、丁醇、乙腈、甲酸中的一种或者多种的组合;

[0008] 2) 将所得滤液冷却降温,过滤得 1,2- 苯并异噻唑 -3- 酮晶体,并干燥所得晶体。

[0009] 在本发明的一些优选实施方案中,步骤 1) 中 1,2- 苯并异噻唑 -3- 酮与溶剂溶解温度为 40-120℃。

[0010] 在本发明的一些优选实施方案中,步骤 2) 中冷却温度为 0-35℃。

[0011] 在本发明的一些优选实施方案中,步骤 2) 中冷却降温时间为 1.5-8h。

[0012] 在本发明的一些实施方案中,步骤 2) 中冷却降温时,对滤液进行搅拌,搅拌速度为 25-55RPM。

[0013] 本发明同现有技术相比,具有如下有益效果:由于采用水溶性极性质子溶剂与水混合作溶剂重结晶,得到了雪白颗粒状 1,2- 苯并异噻唑 -3- 酮,避免了使用酸碱及大量水,极大减少了污染;而且,一方面,所得产品质量好,含量高,杂质少,可以满足一些特殊用途;另一方面,所得产品为颗粒状,可以防止 BIT 粉层被人体吸入,因为 BIT 对人的呼吸道有严重的刺激作用,从而极大地改善了操作条件;此外,颗粒状产品容易干燥,不带结晶水后,对需要无水状态的 BIT 的生产工艺将会有很大的好处。

#### [ 附图说明 ]

[0014] 图 1 是 1,2- 苯并异噻唑 -3- 酮标准品的 HPLC 检测数据;

[0015] 图 2 是实施例 1 所得产物的 HPLC 检测数据。

#### [ 具体实施方式 ]

[0016] 下面结合实施例对本发明作以下进一步说明:

[0017] 实验例 1

[0018] 投 1,2- 苯并异噻唑 -3- 酮 160g, 甲醇 450g, 水 130g, 升温至 65℃ 全溶, 加入 1.5g 活性炭, 保温 30min, 过滤, 所得滤液, 调慢搅拌, 缓慢降温至 20℃, 约需要 1h, 过滤, 100g 冷水洗涤, 晾干得 145g 雪白颗粒 1,2- 苯并异噻唑 -3- 酮 (HPLC>99.85%), 收率 90.6%。

[0019] 实验例 2

[0020] 投 90% 固含量 1,2- 苯并异噻唑 -3- 酮 178g, 甲醇 450g, 水 110g, 升温至 66℃ 全溶, 加入 1.5g 活性炭, 保温 30min, 过滤, 所得滤液, 调慢搅拌, 缓慢降温至 20℃, 约需要 1h, 过滤, 100g 冷水洗涤, 晾干得 143g 雪白颗粒 1,2- 苯并异噻唑 -3- 酮 (HPLC>99.85%), 收率 89.3%。

[0021] 实验例 3

[0022] 投 1,2- 苯并异噻唑 -3- 酮 160g, 乙醇 420g, 水 135g, 升温至 70℃ 全溶, 加入 1.5g 活性炭, 保温 30min, 过滤, 所得滤液, 调慢搅拌, 缓慢降温至 20℃, 约需要 1h, 过滤, 100g 冷水洗涤, 晾干得 140g 雪白颗粒 1,2- 苯并异噻唑 -3- 酮 (HPLC>99.85%), 收率 87.5%。

[0023] 应当理解的是, 本发明并不受上述实施方式的限制, 其他的任何未背离本发明的精神实质与原理下所作的改变、修饰、替代、组合、简化, 均应为等效的置换方式, 都包含在本发明的保护范围之内。

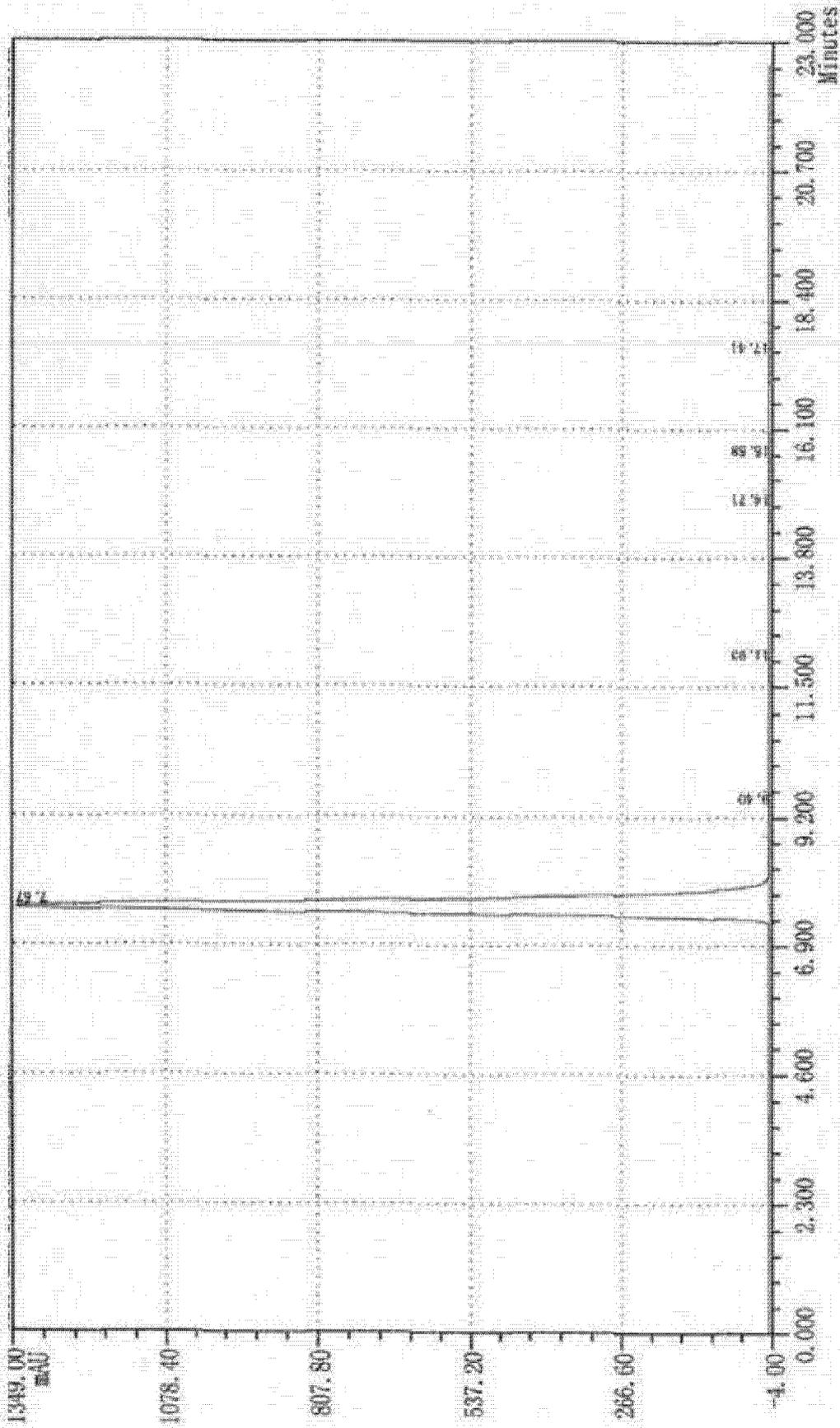


图 1

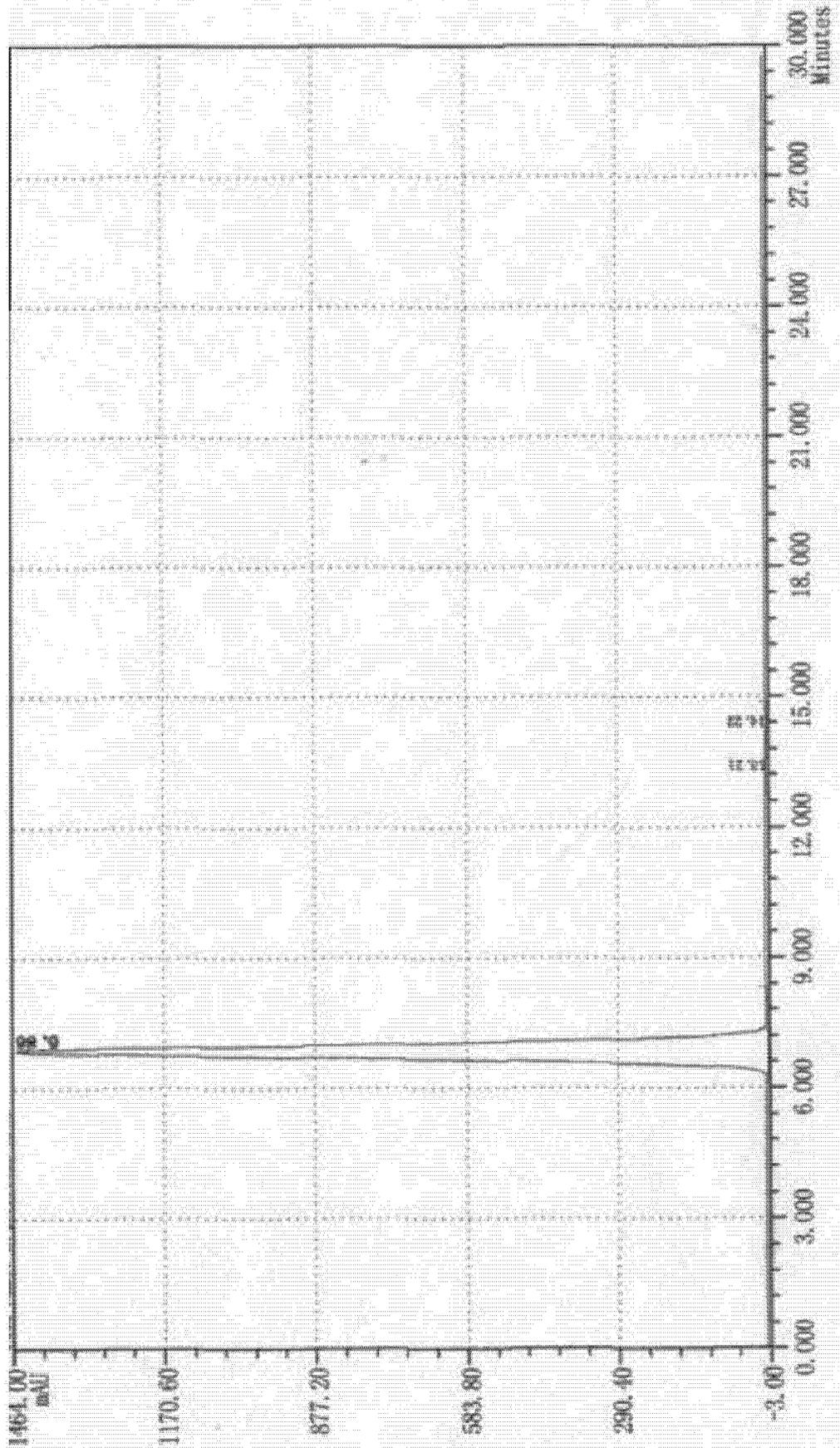


图 2