



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 105241978 B

(45)授权公告日 2017.08.25

(21)申请号 201510724166.2

(22)申请日 2015.10.30

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 105241978 A

(43)申请公布日 2016.01.13

(73)专利权人 常州久日化学有限公司

地址 213200 江苏省常州市金坛经济开发区东康路99号

(72)发明人 吴吉 蒋雷 韩时操 凌爱祥

周海兵 敖文亮 张齐 毛桂红

罗想

(51)Int.Cl.

G01N 30/02(2006.01)

审查员 刘倩

权利要求书1页 说明书3页 附图3页

(54)发明名称

一种2-异丙基硫杂蒽酮反应中间体含量的测定方法

(57)摘要

本发明提供了一种2-异丙基硫杂蒽酮反应中间体含量的测定方法,用于2-异丙基硫杂蒽酮的质量控制,是以十八烷基硅烷键合硅胶为填料的色谱柱,以甲醇为流动相,流速为0.7~1.1ml/min,检测波长为254nm±2nm进行高效液相色谱法分析检测。本发明的分析检测方法是利用将反应中间体2-氯硫基苯甲酰氯与正丁胺转化为正丁基-1,2-异噻唑啉-3-酮,通过检测衍生物来间接对2-异丙基硫杂蒽酮质量控制,重复性好,分析时间短,操作简单,结果稳定可靠。

1. 一种2-异丙基硫杂蒽酮反应中间体含量的测定方法,包括如下技术方案:

1) 样品的制备:

于密封干燥好之玻璃瓶内用注射器注入无水正丁胺,再注入中间体2-氯硫基苯甲酰氯溶液样品,置于超声波震荡器反应0.5h, 所得反应混合物加入甲醇至完全溶解,过滤掉不溶的杂质,取样检测;

2) 样品的检测:

采用以碳十八烷基硅烷键合硅胶为填料的色谱柱,以甲醇作为流动性,流速0.7~1.1ml/min,检测波长为254nm \pm 2nm,进行高效液相色谱法检测。

2. 根据权利要求1所述的测定方法,步骤1)样品制备中,正丁胺与2-氯硫基苯甲酰氯的用量选自物质的量比3~8:1。

3. 根据权利要求1所述的测定方法,步骤2)样品的检测中,流动相流速选自1.0 ml/min。

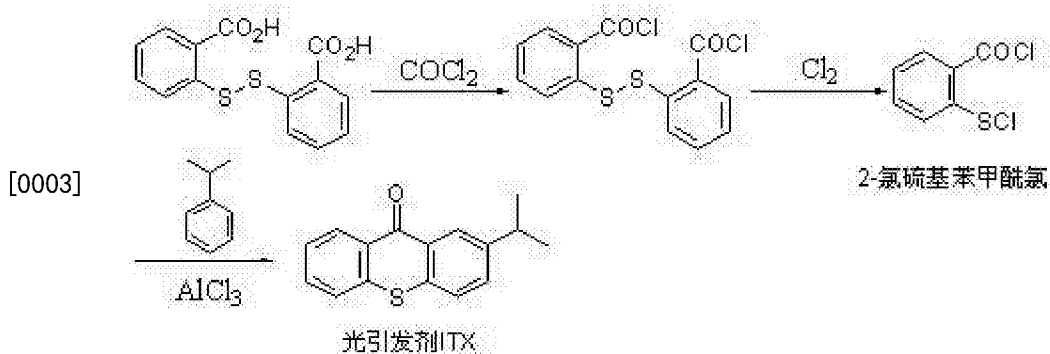
一种2-异丙基硫杂蒽酮反应中间体含量的测定方法

技术领域

[0001] 本发明涉及的内容为一种2-异丙基硫杂蒽酮反应中间体含量的测定方法,具体涉及一种2-异丙基硫杂蒽酮反应中间体2-氯硫基苯甲酰氯含量的测定方法,属于化学技术领域。

背景技术

[0002] 2-异丙基硫杂蒽酮简称光引发ITX,是一种高效自由基II型光引发剂,吸收波长在258~382nm,适用于不饱和聚酯、丙烯酸单体等组成的光固化材料中,可用于无色或有色UV固化油墨、木质家具、装饰漆及胶黏剂等。它与阳离子光引发剂一起使用时具有敏化剂的作用,还可作为光敏剂使用以增强光引发剂907固化效能。光引发ITX的-氯硫基苯甲酰氯制备工艺流程如下:



[0004] 2-氯硫基苯甲酰氯是合成光引发ITX的重要中间体,其质量控制效果直接影响到最终光引发剂ITX成品的产量和质量。但是2-氯硫基苯甲酰氯化学性质活泼,且是敏感物质(对空气水敏感),一般不提纯,直接下一步反应。同时2-氯硫基苯甲酰氯还不易也不能直接进行HPLC、GC检测,因此利用其衍生物间接测试的方法非常有必要,这种方法必须能真实有效的反映2-氯硫基苯甲酰氯存在状态。美国专利US2003229233公开了利用HPLC检测2-氯硫基苯甲酰氯与氨气反应衍生产物的方式来检测2-氯硫基苯甲酰氯,没有公开详细的检测方式,同时氨气味道较刺激,通入量不易控制。

[0005] 到目前为止,文献中尚未记载该中间体的详细分析检测方法,但是该中间体的分析检测对反应控制和收率提高有着重要的作用,同时也直接影响着终产品光引发剂ITX的质量,所以建立一种快速、准确、分离效果好、稳定有效的分析检测方法对该中间体进行质量控制是非常必要的。

发明内容

[0006] 本发明的目的是提供一种快速、准确、分离效果好、稳定有效2-异丙基硫杂蒽酮反应中间体的分析检测方法。

[0007] 本发明提供的2-异丙基硫杂蒽酮反应中间体的分析检测方法,是应用高效液相色谱法分析2-氯硫基苯甲酰氯衍生物的方法,该方法能真实有效的反映2-氯硫基苯甲酰氯中

间体的存在组分及其含量,具有快速、准确、分离效果好、稳定有效等优点。

[0008] 本发明采用如下技术方案:

[0009] 1)样品的制备:

[0010] 于密封干燥好之玻璃瓶内用注射器注入无水正丁胺,再注入中间体2-氯硫基苯甲酰氯溶液样品,置于超声波震荡器反应0.5h,所得反应混合物加入甲醇至完全溶解,过滤掉不溶的杂质,取样检测;

[0011] 2)样品的检测:

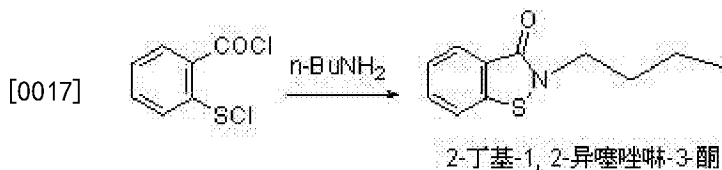
[0012] 采用以碳十八烷基硅烷键合硅胶为填料的色谱柱,以甲醇作为流动性,流速0.7~1.1ml/min,检测波长为254nm±2nm,进行高效液相色谱法检测。

[0013] 本发明所述检测方法步骤1)样品制备中,正丁胺与2-氯硫基苯甲酰氯的用量选自物质的量比3~8:1。

[0014] 本发明所述检测方法步骤2)样品的检测中,流动相流速选自1.0 ml/min。

[0015] 本发明所述高效液相色谱法使用的色谱柱可以是不同厂家生产的、不同型号的十八烷基硅烷键合硅胶为填料的色谱柱。

[0016] 本发明所述检测方法的原理:本发明是利用2-氯硫基苯甲酰氯能与正丁胺能快速定量反应生成 2-丁基-1,2-苯并异噻唑啉-3-酮,2-丁基-1,2-苯并异噻唑啉-3-酮在空气中稳定存在易检测。



[0018] 本发明涉及的分析检测方法,通过实验,分析2-丁基-1,2-苯并异噻唑啉-3-酮的含量大于90%以上,以保证2-异丙基硫杂蒽酮的收率和质量可以有效的利用间接法检测中间体2-氯硫基苯甲酰氯的含量和组成,该方法分离度高,重复性好,分析时间段,操作简单方便,结果稳定可靠,从而可用于2-氯硫基苯甲酰氯中间体的质量控制,为最终成品的质量提供有效保障。

附图说明

[0019] 图1实施例2 2-异丙基硫杂蒽酮反应中间体衍生物HPLC谱图。

[0020] 图2实施例3 2-异丙基硫杂蒽酮反应中间体衍生物HPLC谱图。

[0021] 图3实施例42-异丙基硫杂蒽酮反应中间体衍生物与原料混合物的HPLC谱图。

具体实施方式

[0022] 本发明将通过下述非限定性实施例加以进一步说明。

[0023] 实施例1:样品的制备

[0024] 将10ml西林瓶、注射器洗涤干净,110℃烘箱干燥2h,用前取出立刻塞上橡皮塞并固定,冷却待用。用注射器取反应中间体2-氯硫基苯甲酰氯溶液,其中每1ml含有酰氯约0.15g,0.73 mmol于西林瓶中,再取无水正丁胺0.5 ml正丁胺(0.36 g,5 mmol)在该西林瓶中,注射器反复吸取3次,常压下置于超声波震荡器反应0.5h,所得反应混合物加入甲醇至

完全溶解。

[0025] 实施例2:

[0026] 仪器与条件:安捷伦1200液相色谱系统,色谱柱采用十八烷基硅烷键合硅胶柱;紫外检测波长254nm,甲醇为流动相,流速为1.0ml/min。

[0027] 实验步骤:取50u1的实施例1制备的样品溶液加入到样品管中,加3ml的甲醇于样品管,充分震荡,过滤掉不溶的杂质,再取10u1样品溶液按上述条件进行液相色谱分析,记录色谱图,结果见附图1。

[0028] 附图1表明,在该色谱条件下,可以完全分离,2-氯硫基苯甲酰氯中间体衍生物2-丁基-1,2-苯并异噻唑啉-3-酮的保留时间在3.04min。

[0029] 实施例3:

[0030] 取另一批反应中间体2-硫氯基苯甲酰氯溶液,按照实施例1和实例2的方式分析,结果见附图2。

[0031] 实施例4:正-丁基-1, 2-异噻唑啉-3-酮与反应原料二硫二苯甲酸的分离

[0032] 以实施例1制备样品,在样品中加入少量原料二硫二苯甲酸,按实例2的分析方法进行色谱分析,结果见附图3。

[0033] 二硫二苯甲酸出峰时间2.22 min,正-丁基-1, 2-异噻唑啉-3-酮出峰时间3.09 min. 两者分离良好。

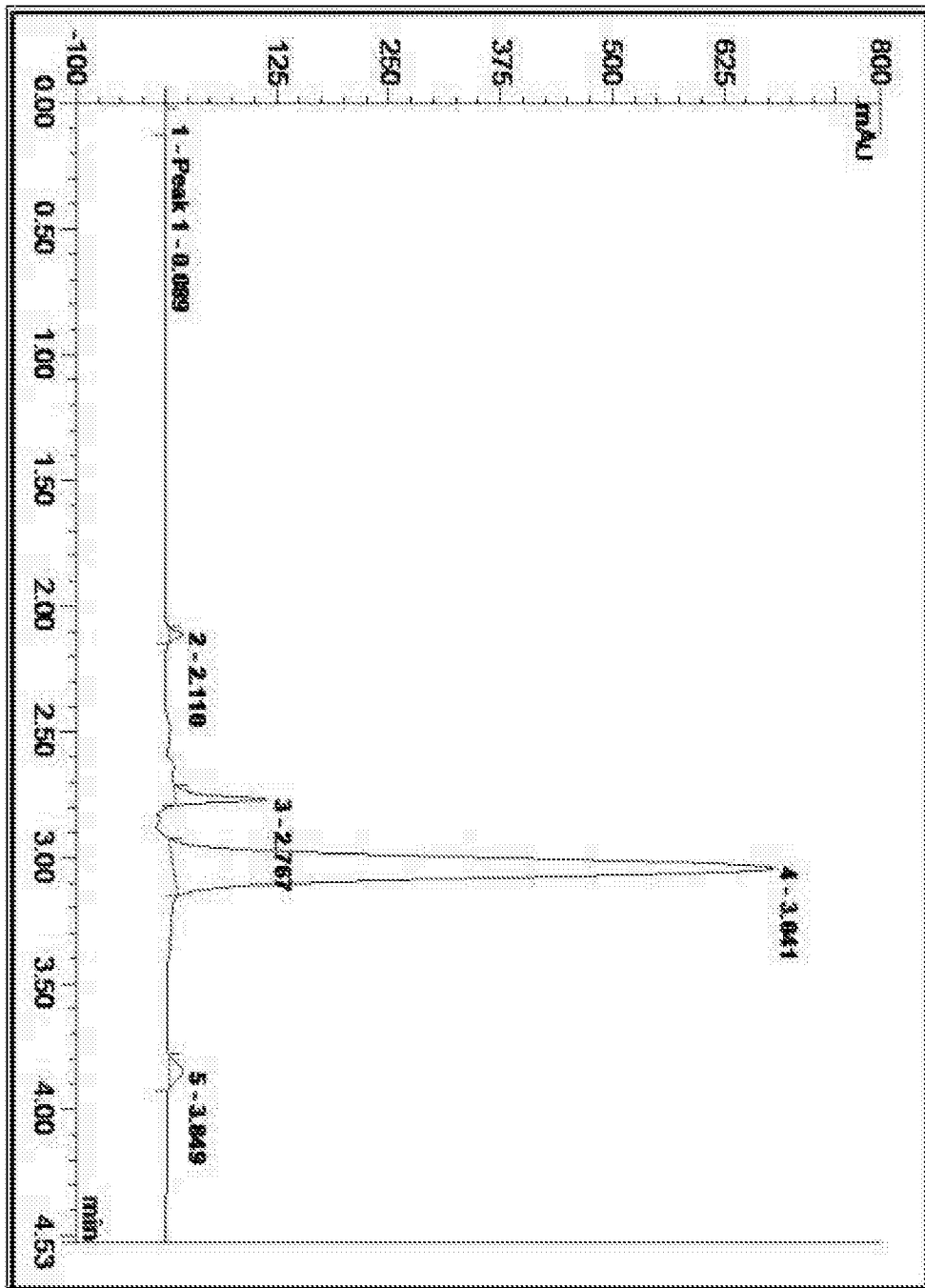


图1

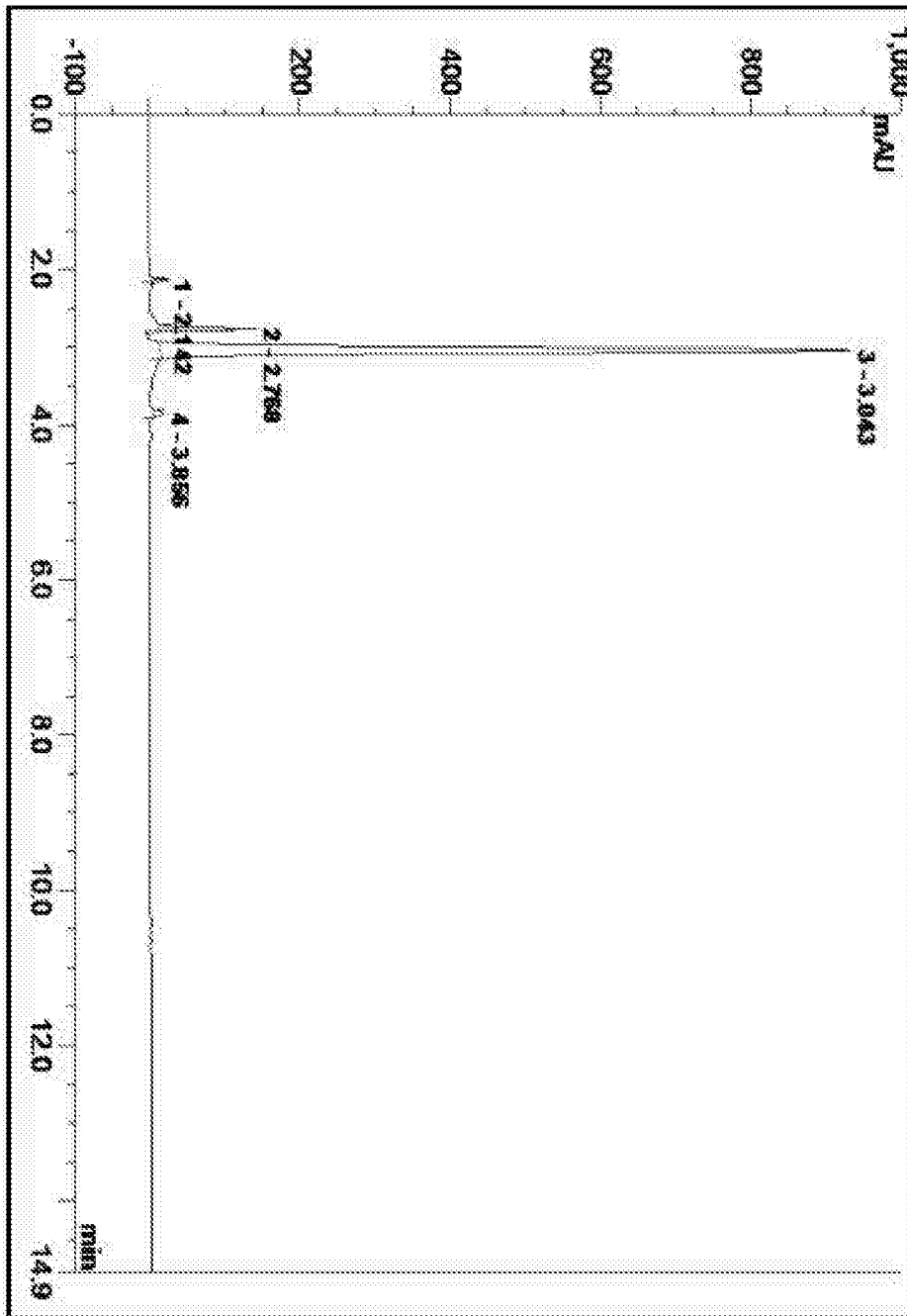


图2

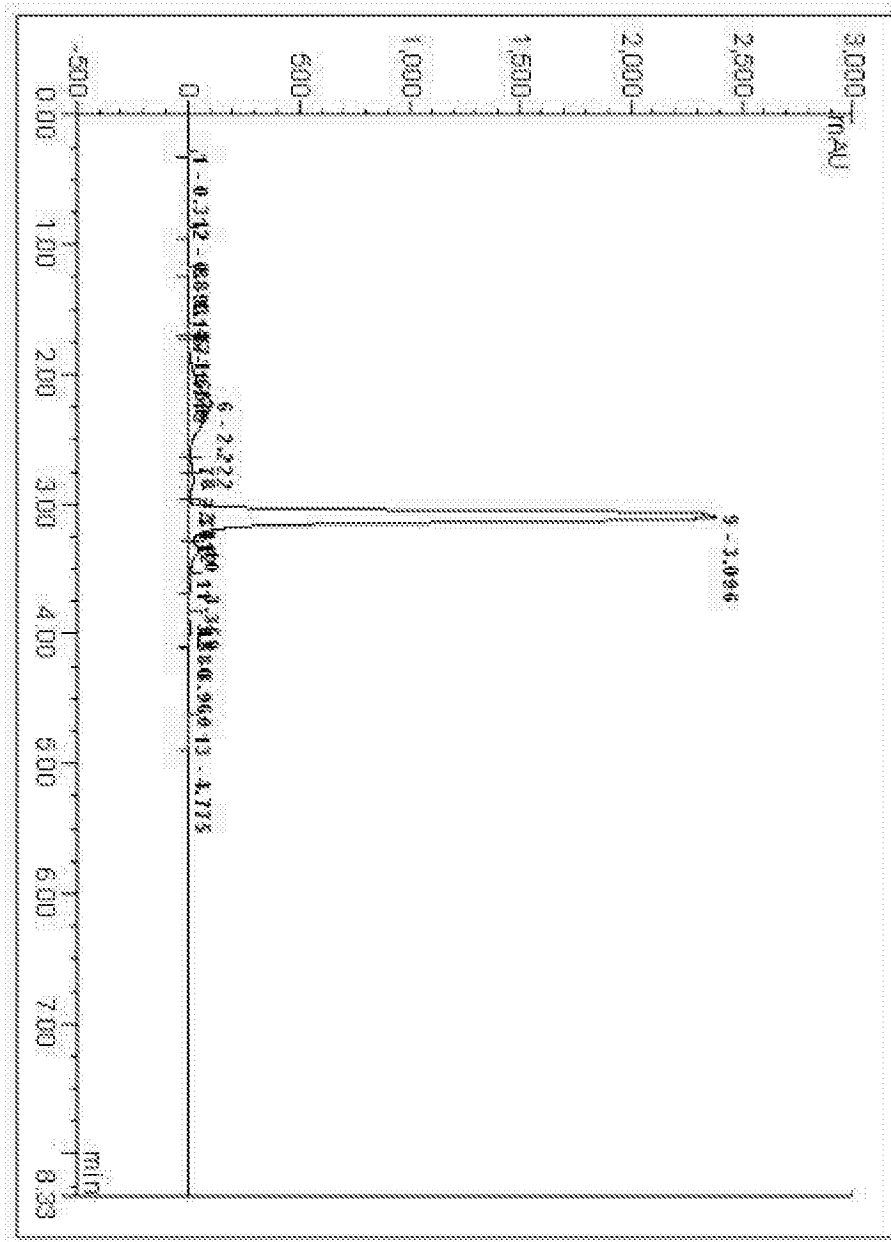


图3