



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104908123 A

(43) 申请公布日 2015. 09. 16

(21) 申请号 201510237235. 7

(51) Int. Cl.

(22) 申请日 2015. 05. 12

B27K 3/52(2006. 01)

C07D 405/04(2006. 01)

(71) 申请人 苏州市湘园特种精细化工有限公司

地址 215138 江苏省苏州市相城区阳澄湖镇
(湘城) 十图村

(72) 发明人 周建 颜玉荣

(74) 专利代理机构 南京苏高专利商标事务所

(普通合伙) 32204

代理人 柏尚春

权利要求书1页 说明书3页

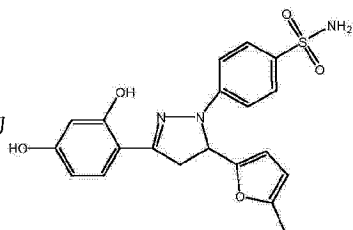
(54) 发明名称

磺胺类防腐剂的制备方法及应用

(57) 摘要

本发明公开了一种木材防腐剂,按质量百分比计,其配比为 20 ~ 30% 碳酸铜 30 ~ 40% 化合物 I, 5 ~ 10% 丙烯除虫菊酯, 30 ~ 40% 氨水。所

述的化合物 I 为

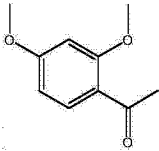


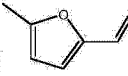
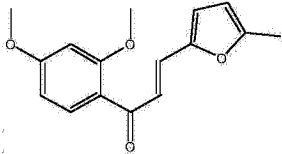
该

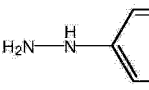
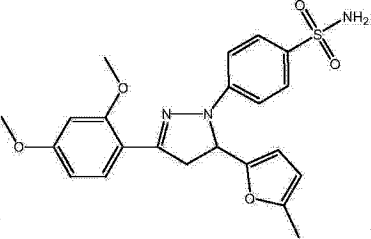
化合物 I 的制备方法为:在冰水浴搅拌作用下,将 2,4-二羟基苯乙酮与重氮甲烷乙醚混合液、三氟化硼-乙醚络合物混合,搅拌 0.2 ~ 1h 左右后,再回流反应 5 ~ 7h,反应结束后,过滤,将所得固体洗涤,干燥,重结晶,得到中间体 I,将中间体 I 与 5-甲基-咪唑-2-甲醛反应;得到中间体 II。将中间体 II 与对胂基苯磺酰胺反应,得到中间体 III,中间体 III 与二氯甲烷、三溴化硼反应,得到目标化合物。

1. 一种防腐剂的制备方法,其特征在于按以下步骤进行:

在冰水浴搅拌作用下,将 2,4-二羟基苯乙酮与重氮甲烷乙醚混合液、三氟化硼-乙醚络合物混合,搅拌 0.2~1h 左右后,再回流反应 5~7h,反应结束后,过滤,将所得固

体洗涤,干燥,重结晶,得到中间体 I  ; 将中间体 I 与 5-甲基-呋喃-2-甲

醛  反应,得到中间体 II  ; 将中间体 II 与对肼基苯磺酰胺

 反应,得到中间体 III  ; 中间体 III 与二

氯甲烷、三溴化硼反应,得到目标化合物;

将上述目标化合物与硝酸铜、丙烯除虫菊酯和氨水混合,得到防腐剂。

2. 如权利要求 1 所述的防腐剂的制备方法,其特征在于其各组分的质量比为:20~30%硝酸铜、30~40%目标化合物、5~10%丙烯除虫菊酯、30~40%氨水。

3. 如权利要求 3 所述的防腐剂的制备方法,其特征在于所述的洗涤方法为依次用稀盐酸、蒸馏水、冷乙醇、蒸馏水洗涤。

4. 如权利要求 3 所述的防腐剂的制备方法,其特征在于所述的干燥方法为红外灯照射下干燥,温度为 80~100°C,时间为 2~10 小时。

5. 如权利要求 3 所述的防腐剂的制备方法,其特征在于所述的重结晶方法为以无水乙醇为溶剂,进行重结晶。

6. 利用权利要求 1 所述的防腐剂的制备方法制得的防腐剂。

7. 如权利要求 6 所述的防腐剂的应用,其特征在于将其应用于木材防腐。

磺胺类防腐剂的制备方法及应用

技术领域

[0001] 本发明属于精细化学品领域,具体涉及一种磺胺类防腐剂的制备方法及应用。

背景技术

[0002] 磺胺早在 1908 年就作为偶氮染料的中间体合成出来。1932 年,德国科学家 K. 米奇合成了红色偶氮化合物百浪多息;1932 ~ 1935 年, G. 多马克发现它对实验动物的某些细菌性感染有良好的治疗作用。这一划时代的发现于 1935 年发表以后,轰动了全世界的医药界。不久,法国科学家的研究阐明了百浪多息的抑菌作用,乃是由于它在动物体内经过代谢而生成的磺胺所致。为了扩大磺胺抗菌谱和增强其抗菌活性,欧美各国的科学家对其结构进行了多方面的改造,合成了数以千计的磺胺化合物(据 1945 年统计,达 5000 多种),从中筛选出 30 多种疗效好而毒性较低的磺胺药,例如:百浪多息、磺胺吡啶(SP)、磺胺嘧啶(SD)、酞酰磺胺噻唑(PST)、磺胺噻唑(ST)、磺胺脒(SG)、磺胺异噻唑(SIZ)、磺胺二甲嘧啶(SM2)。对氨基苯磺酰胺(简称磺胺)的衍生物是一类具有抑菌活性的化学合成药,磺胺药对细菌主要是抑制其繁殖。

[0003] 防腐剂是指天然或合成的化学成分,用于加入食品、药品、颜料、生物标本等,以延迟微生物生长或化学变化引起的腐败。亚硝酸盐及二氧化硫是常用的防腐剂之一。防腐剂主要作用是抑制微生物的生长和繁殖,以延长食品的保存时间,抑制物质腐败的药剂。木材防腐剂(Wood Preservative)是一种化学药剂,在采用某种办法将它注入木材后,可以增强木材抵抗菌腐、虫害、海生钻孔动物侵蚀等的作用。到目前为止,最为常用防止木材腐朽的方法还是用化学药剂防腐。当前使用最多的是水溶性防腐剂,约占防腐剂使用总量的 3/4。

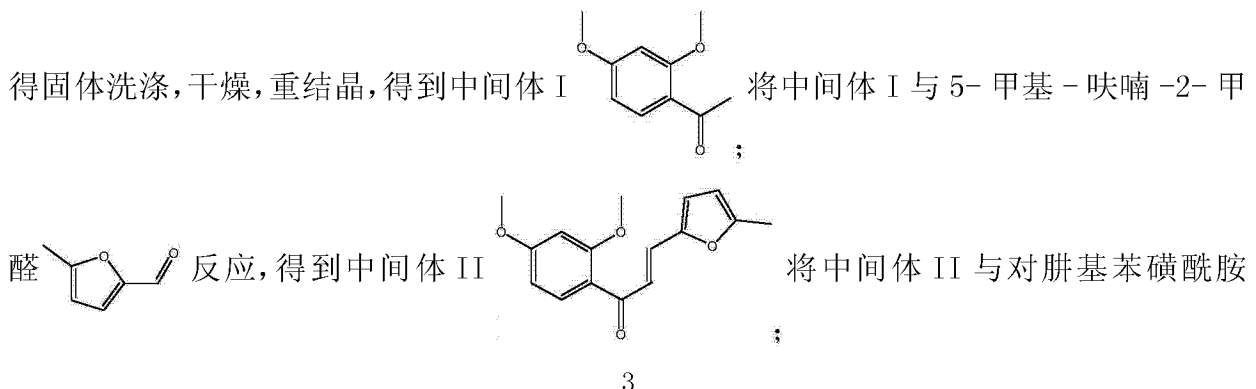
[0004] 对木材进行防腐处理,延长木制品的使用年限,是节约木材、保护森林资源的重要途径之一。我国如今经防腐处理后使用的木材很少,且大多使用的是对人类和环境危害大的传统的木材防腐剂。因此研制和开发新型木材防腐剂是十分必要的。

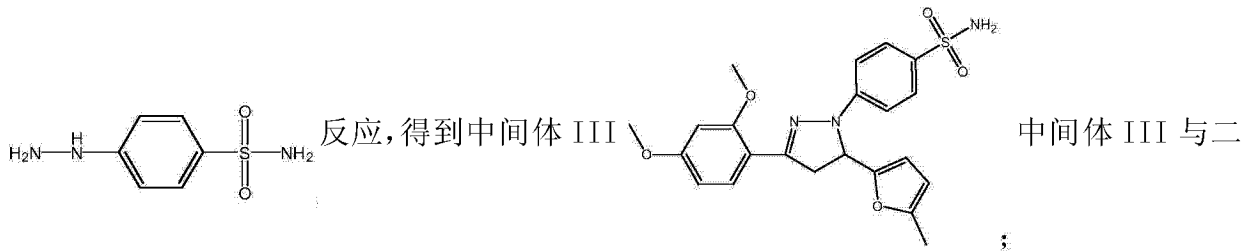
发明内容

[0005] 发明目的:本发明提供了一种防腐剂的制备方法。

[0006] 技术方案:本发明提供了一种防腐剂的制备方法,具体步骤如下:

[0007] 在冰水浴搅拌作用下,将 2,4-二羟基苯乙酮与重氮甲烷乙醚混合液、三氟化硼-乙醚络合物混合,搅拌 0.2 ~ 1h 左右后,再回流反应 5 ~ 7h,反应结束后,过滤,将所





氯甲烷、三溴化硼反应, 得到目标化合物;

[0008] 将上述目标化合物与硝酸铜、丙烯除虫菊酯和氨水混合, 得到防腐剂。

[0009] 所述的防腐剂各组分的质量比为: 20 ~ 30% 硝酸铜、30 ~ 40% 目标化合物、5 ~ 10% 丙烯除虫菊酯、30 ~ 40% 氨水。

[0010] 上述制备过程中, 所述的洗涤方法为依次用稀盐酸、蒸馏水、冷乙醇、蒸馏水洗涤。

[0011] 所述的干燥方法为红外灯照射下干燥, 温度为 80 ~ 100°C, 时间为 2 ~ 10 小时。

[0012] 所述的重结晶方法为以无水乙醇为溶剂, 进行重结晶。

[0013] 有益效果: 本发明提供的防腐剂配方简单, 可以有效的放置木材腐烂。

具体实施方式:

[0014] 实施例 1

[0015] 步骤 1, 将 2, 4-二羟基苯乙酮放入三口瓶中, 再加入重氮甲烷乙醚混合液、三氟化硼-乙醚络合物, 反应 0.2h 左右后, 再回流反应 5h。反应结束后, 过滤, 得到固体依次用稀盐酸 (3×100mL)、蒸馏水 (3×150mL)、冷乙醇 (3×50mL)、蒸馏水 (3×100mL) 洗涤, 干燥, 将得到的固体粗产物溶于无水乙醇重结晶得到晶体状中间物 I。

[0016] 在室温搅拌下, 依次向圆底烧瓶中加入中间物、KOH 水溶液、5-甲基-咪唑-2-甲醛、乙醇, 继续搅拌反应 4h 后, 稀盐酸酸化, 调节 pH 为 4, 过滤, 得到的固体依次用蒸馏水 (3×100mL)、冷乙醇 (3×50mL)、蒸馏水 (3×100mL) 洗涤, 干燥, 得到晶体状中间体 II。

[0017] 在 -20°C 下, 一边搅拌, 一边依次向三口瓶中加入中间体 II、二氯甲烷, 并逐步滴加三溴化硼, 搅拌 1h 左右后, 室温继续反应 12h 左右, 反应结束后, 过滤, 固体用蒸馏水洗涤, 最后真空干燥, 将得到的固体溶于无水乙醇, 重结晶提纯, 得到晶体状目标化合物。

[0018] 步骤 2, 质量百分比计, 将 20g 硝酸铜、30g 上述化合物, 5g 丙烯除虫菊酯溶于 30g 氨水中, 制得防腐剂。

[0019] 实施例 2

[0020] 步骤 1, 将 2, 4-二羟基苯乙酮放入三口瓶中, 再加入重氮甲烷乙醚混合液、三氟化硼-乙醚络合物, 反应 0.2h 左右后, 再回流反应 5h。反应结束后, 过滤, 得到固体依次用稀盐酸 (3×100mL)、蒸馏水 (3×150mL)、冷乙醇 (3×50mL)、蒸馏水 (3×100mL) 洗涤, 干燥, 将得到的固体粗产物溶于无水乙醇重结晶得到晶体状中间物 I。

[0021] 在室温搅拌下, 依次向圆底烧瓶中加入中间物、KOH 水溶液、5-甲基-咪唑-2-甲醛、乙醇, 继续搅拌反应 4h 后, 稀盐酸酸化, 调节 pH 为 4, 过滤, 得到的固体依次用蒸馏水 (3×100mL)、冷乙醇 (3×50mL)、蒸馏水 (3×100mL) 洗涤, 干燥, 得到晶体状中间体 II。

[0022] 在 -20°C 下, 一边搅拌, 一边依次向三口瓶中加入中间体 II、二氯甲烷, 并逐步滴加三溴化硼, 搅拌 1h 左右后, 室温继续反应 12h 左右, 反应结束后, 过滤, 固体用蒸馏水洗

涤,最后真空干燥,将得到的固体溶于无水乙醇,重结晶提纯,得到晶体状目标化合物。

[0023] 步骤 2,将 20g 硝酸铜、40g 上述化合物,5g 丙烯除虫菊酯溶于 30g 氨水中,制得防腐剂。

[0024] 实施例 3

[0025] 步骤 1,将 2,4-二羟基苯乙酮放入三口瓶中,再加入重氮甲烷乙醚混合液、三氟化硼-乙醚络合物,反应 0.2h 左右后,再回流反应 5h。反应结束后,过滤,得到固体依次用稀盐酸 (3×100mL)、蒸馏水 (3×150mL)、冷乙醇 (3×50mL)、蒸馏水 (3×100mL) 洗涤,干燥,将得到的固体粗产物溶于无水乙醇重结晶得到晶体状中间物 I。

[0026] 在室温搅拌下,依次向圆底烧瓶中加入中间物、KOH 水溶液、5-甲基-呋喃-2-甲醛、乙醇,继续搅拌反应 4h 后,稀盐酸酸化,调节 pH 为 4,过滤,得到的固体依次用蒸馏水 (3×100mL)、冷乙醇 (3×50mL)、蒸馏水 (3×100mL) 洗涤,干燥,得到晶体状中间体 II。

[0027] 在 -20℃ 下,一边搅拌,一边依次向三口瓶中加入中间体 II、二氯甲烷,并逐步滴加三溴化硼,搅拌 1h 左右后,室温继续反应 12h 左右,反应结束后,过滤,固体用蒸馏水洗涤,最后真空干燥,将得到的固体溶于无水乙醇,重结晶提纯,得到晶体状目标化合物。

[0028] 步骤 2,将 30g 硝酸铜、30g 上述化合物,10g 丙烯除虫菊酯溶于 40g 氨水中,制得防腐剂。

[0029] 使用时,将木材全部浸润与防腐剂中 2~3 小时,取出晒干,即可。