



[12] 发明专利申请公开说明书

[21]申请号 93121036.4

[51]Int.Cl⁶

C07D209 / 24

[43]公开日 1995 年 7 月 5 日

[22]申请日 93.12.27

[71]申请人 化学工业部北京化工研究院

地址 100013北京市1442信箱

[72]发明人 杨元一 徐立英 朱云仙 王秀玲

[74]专利代理机构 小松专利事务所

代理人 冯士蓉

说明书页数:

附图页数:

[54]发明名称 改进的N-甲基吡咯烷酮及 α -吡咯烷酮的生产方法

[57]摘要

本发明涉及一种改进的由 γ -丁内酯, 甲胺(氨)及水制备N-甲基吡咯烷酮(α -吡咯烷酮)方法, 其特征在于反应体系中的压力控制缶使用惰性气体为稳压气源, 调节系统压力, 该压力控制缶内通过液位仪表显示并控制缶内液面保持一定, 维持反应体系中进出的物料流动的连续和稳定。

(BJ)第 1456 号

权利要求书

1、一种由 γ -丁内酯，甲胺(氨)及水制备N-甲基吡咯烷酮(α -吡咯烷酮)的方法，其特征在于使用惰性气体作为稳压气源，调节反应体系的压力不低于5.5MPa使反应物进行反应。

2、根据权利要求1的方法，其特征在于反应体系的压力不低于6MPa。

3、根据权利要求1的方法，其特征在于反应体系中的压力控制缶用惰性气体调节系统压力；该压力控制缶内通过液位仪表显示并控制缶内液面保持一定，从而维持反应体系中进出口物料流动的连续和稳定。

4、根据权利要求1的方法，其特征在于反应温度为200~320℃，停留时间0.5~5hr。

5、根据权利要求4的方法，其特征在于反应温度为220~290℃，停留时间1~3hr。

6、根据权利要求1的方法，其特征在于 γ -丁内酯：甲胺(氨)：水的摩尔比为1：(1.1~4)：(2~9)。

7、本发明叙述的压力控制方法适用于其他化工工艺中液相连续反应体系的压力控制和物料进出恒定的控制。

说明书

改进的N-甲基吡咯烷酮及 α -吡咯烷酮的生产方法

本发明属于有机化工生产领域。

N-甲基吡咯烷酮(以下简称NMP)是一种优良的溶剂,并且可以用水回收。被广泛用于乙炔提浓、丁二烯分离、芳烃抽提、高级润滑油精制;以及用作聚合物反应的溶剂、电器清洗剂等方面。

α -吡咯烷酮(以下简称 α -P)为高沸点极性溶剂,也是有机合成的中间体。例如它是生产聚乙烯基吡咯烷酮、脑复康药品的原料。

NMP与 α -P的工业生产路线是使用 γ -丁内酯与甲胺缩合制NMP,用 γ -丁内酯与氨缩合制 α -P。由于NMP和 α -P均属于 γ -丁内酯的系列产品,二者的生产工艺与主要设备基本相同,故一般按市场需求在同一套装置中进行两种产品的切换生产。

英国专利GB1,312,463(BASF公司)提供了一种关于 α -P的生产方法,以 γ -丁内酯和液氨或氨水为原料连续进行生产,使用的氨水浓度一般为15~100%(wt),优选50~100%(wt)。反应温度180~340℃,物料停留时间10分钟到28小时,同时保持超过反应物在反应温度下分压总和10%的压力,最好是高20%。该专利称对压力的要求是该发明的主要特点。该专利实施例中所使用的液氨与水的重量比高于1:1,在其实施例3中,反应温度270℃,体系压力70atm时 α -P产率为91.0%(mol),120atm时产率为95.0%(mol)。

日本专利JP76-42107介绍了一种吡咯烷酮的制备方法,该方法指出向反应体系中加水可以提高反应速度,缩短反应时间,增加产物收率。在其实施例中使用了45~50kg/cm²的体系压力,甲胺与水的摩尔比1.4:4,反应温度250℃, γ -丁内酯转化率99.5%,停留时间2小时。但未提及NMP

的收率。

由上述现有技术可以看出，合成NMP或 α -P的原料及工艺条件基本上相同，但产物的收率仍不能十分令人满意。而且存在着对反应体系压力要求较高的问题。而后者带来的直接问题即是对设备要求高，耗资多。因此需要寻找一种反应条件相对温和，设备投资少，NMP及 α -P收率高的制备方法。

本发明人为此进行了深入的研究，结果发现对于高的NMP和 α -P产率，维持较高的体系压力，并且保持反应体系的压力稳定，对该反应有重要影响。本发明在与现有技术相同的压力下可获得更高的产率，对原料有更广泛的适应性（指不同的甲胺、氨水溶液浓度），且停留时间较短。也就是说，在取得相同产率的前提条件下，本发明的制备方法可使用比现有技术低得多的体系压力。

具体而言，本发明涉及一种使用 γ -丁内酯与甲胺（或氨）及水反应制备NMP（或 α -P）的方法，其特征在于使用惰性气体作为稳压气源引入反应体系，调节反应体系的压力不低于5.5MPa，优选不低于6MPa使反应物进行反应。其中反应温度200~320℃，优选220~290℃，停留时间0.5~5hr，优选1~3hr； γ -丁内酯：甲胺（氨）：水的摩尔比1：（1.1~4）：（2~9）。反应在液相下进行，通过位于反应体系后部压力控制罐的液位仪表显示液位并控制出口阀，使罐内液面保持一定，从而维持反应体系中进出口物料（液体）流动的连续和稳定。

通过下面的图示叙述及实施例对本发明作进一步的描述。

本发明的关键在于使用了下述方法（流程见图1）。

在制备开始时首先将 γ -丁内酯与甲胺或甲胺水溶液（氨或氨水溶液）分别由计量泵打入反应系统，预热到反应温度后进入反应器。在反应器内停留0.5~5小时后冷却进入压力控制缶，压力控制缶利用充惰性气调节系

统压力；压力控制缶有压力显示和报警，并有液面显示、控制和报警。在连续生产时以液位控制连续出料，保证缶内液面在一定高度。出压力控制缶的物料经减压阀进入粗品缶，经常压、减压精馏得到高质量的NMP和 α -P。

实施例1:

用高压计量泵将 γ -丁内酯和30(wt)%的甲胺水溶液打入反应器，
 γ -丁内酯：甲胺：水=1:1.4:5.6(mol)，在反应温度约280℃，反应压力6MPa条件下反应；停留时间2小时。反应产物通过常压、减压精馏得到纯度为99.5%的NMP， γ -丁内酯转化率100%，NMP产率为97%(mol)。

实施例2:

用高压计量泵将 γ -丁内酯和30(wt)%的氨水溶液打入反应器，
 γ -丁内酯：氨：水=1:1.4:3.1(mol)，反应温度250℃，反应压力7MPa，停留时间2小时。反应产物经常压和减压精馏得到纯度为99.5% α -P， γ -丁内酯转化率100%， α -P收率95%(mol)。

本发明与现有技术比较

	BASF实施例3	本发明实施例2	本发明实施例3
反应温度: °C	270	230	280
反应压力: MPa	12	7	6
停留时间, h	2	1~2	1~2
原料配比 γ -丁内酯: 氨: 水	1: 1.07: 1 (Parts比)	1: 1.4: 3.1 (mol比)	1: 1.4: 5.6 (mol比)
氨(甲胺)浓度 wt%	52	30	30
产物收率, (mol)%	91.0	95.6	99.1

本发明与现有技术相比具有下述优点：

在与现有技术相近的反应温度，原料浓度及配比的条件下，由于稳压气源引入反应体系及液面控制技术的使用，使得反应体系中压力稳定，从而可以在比现有技术低得多的压力条件下取得很好的产率和原料转化率，减少了设备投资，降低了产品成本。

图1为本发明工艺流程示意图，其中：

1—反应系统 2—压力控制缶 3—粗品缶 4、5—蒸馏塔

