

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200810134496.6

[51] Int. Cl.

C07C 265/14 (2006.01)

C07C 263/10 (2006.01)

[43] 公开日 2010年2月3日

[11] 公开号 CN 101638372A

[22] 申请日 2008.7.30

[21] 申请号 200810134496.6

[71] 申请人 梁华中

地址 221400 江苏省新沂市新安镇利民路4-62号

共同申请人 陈弘祥

[72] 发明人 梁华中 陈弘祥

权利要求书1页 说明书4页

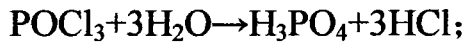
[54] 发明名称

一种基于光气制备对苯二异氰酸酯(PPDI)的新工艺

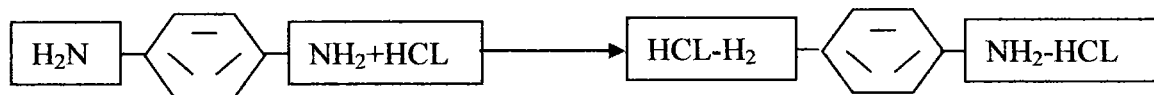
[57] 摘要

一种基于光气制备对苯二异氰酸酯(PPDI)的新工艺,它涉及一种化工原料的制备工艺,具体涉及对苯二异氰酸酯(PPDI)的制备新工艺。本发明是采用以下工艺步骤:1. 盐酸生成反应;2. 成盐反应;3. 光化反应;所述的光化反应将对苯二胺盐酸盐-邻二氯苯混合液转至光化釜,控制温度,全回流状态下通入光气反应,待反应物料澄清后判断为反应终点,通入定量氮气脱酸,取样分析待酸度含量合格后精馏、结晶、离心、干燥、包装或精馏切片包装;发明中制订合理的成盐反应条件,避免了预聚物反应缓慢,反应机理复杂,容易生成副产物且影响下步反应的不利因素。

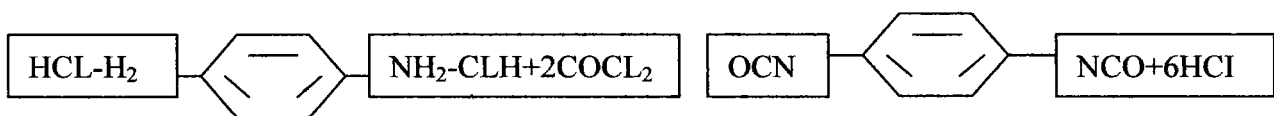
1、一种基于光气制备对苯二异氰酸酯（PPDI）的新工艺，其特征在于它是采用以下工艺步骤：1、盐酸生成反应；2、成盐反应；3、光化反应；所述的盐酸生成反应是将定量 POCl_3 真空抽入至计量槽在盐酸发生釜内放入定量的盐酸，慢慢滴加 POCl_3 反应生成 HCl ，反应式如下：



所述的成盐反应是将定量的溶剂邻二氯苯投入成盐反应釜中，加入定量的对苯二胺全回流状态加热，溶解对苯二胺，通入一定量的 HCl ，取样测试 PH 值， PH 值在 3~4 之间时，成盐结束，尾气去尾破处理，反应式如下：



所述的光化反应将对苯二胺盐酸盐—邻二氯苯混合液转至光化釜，控制温度，全回流状态下通入光气反应，待反应物料澄清后判断为反应终点，通入定量氮气脱酸，取样分析待酸度含量合格后精馏结晶离心干燥包装或精馏切片包装，具体反应式如下：



一种基于光气制备对苯二异氰酸酯（PPDI）的新工艺

技术领域：

本发明涉及一种化工原料的制备工艺，具体涉及对苯二异氰酸酯（PPDI）的制备新工艺。

背景技术：

对苯二异氰酸酯（PPDI），化学结构式：



相对分子量：160.13；质量指标：≥98%

对苯二异氰酸酯（PPDI）为白色至淡黄色片状固体，NCO 含量 52.5%。熔点 94~95℃，沸点 260℃，密度（g·cm⁻³）1.4407(20℃)。

该异氰酸酯反应活性高，与羟基、胺基及水反应生成聚氨酯或聚脲。由对苯二胺经光气化反应制得，是高性能热塑性及浇注聚氨酯的原料。

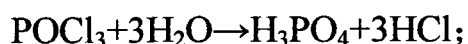
对苯二异氰酸酯（PPDI）是一种新的高性能的特种 PU 固化剂，在它的结构中，除具备苯环外，还有两个对称排布的-NCO 基团，因此当它与二醇，二胺类原料反应生成聚氨酯大分子材料时，能在分子结构中产生致密性很高的硬链段区，具有极高的内聚力，使聚氨酯聚合物产生极好的相分离，从而使生成的聚氨酯比传统聚氨酯具有更高的耐磨性，更好的机械力学性能，更优秀的耐温，耐溶剂，耐水性能以及十分突出的回弹性能。由于它的综合性能优良、动态力学性能又十分突出，它的应用价值越来越被人们所认识。但是它的制备工艺却没有得到应有的发展，目前它的制备方法、工艺相对落后。生产工

艺过程复杂、反应过程缓慢，而且生成大量的废弃的污染物，对环境造成巨大的污染。

发明内容：

本发明的目的是提供一种基于光气制备对苯二异氰酸酯（PPDI）的新工艺，它能方便、经济、利用较少的投资即可制备对苯二异氰酸酯（PPDI）。为了解决背景技术所存在的问题，本发明是采用以下工艺步骤：1、盐酸生成反应；2、成盐反应；3、光化反应；

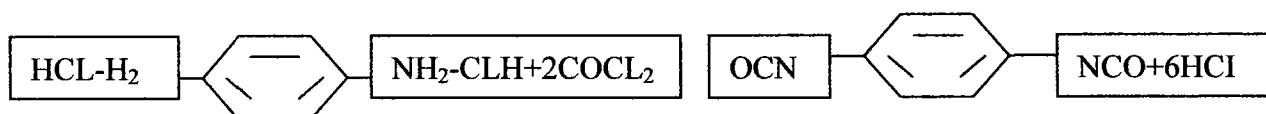
所述的盐酸生成反应是将定量 POCl_3 真空抽入至计量槽在盐酸发生釜内放入定量的盐酸，慢慢滴加 POCl_3 反应生成 HCl ，反应式如下：



所述的成盐反应是将定量的溶剂邻二氯苯投入成盐反应釜中，加入定量的对苯二胺，全回流状态加热，溶解对苯二胺、通入一定量的 HCl ，取样测试 PH 值， PH 值在 3~4 之间时，成盐结束，尾气去尾破处理，反应式如下：



所述的光化反应将对苯二胺盐酸盐—邻二氯苯混合液转至光化釜，控制温度全回流状态下通入光气反应，待反应物料澄清后判断为反应终点，通入定量氮气脱酸，取样分析待酸度含量合格后精馏、结晶、离心、干燥、包装或精馏切片包装，具体反应式如下：



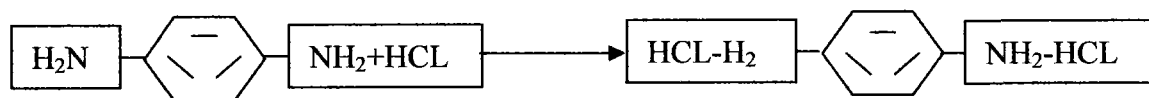
本发明中制订合理的成盐反应条件，避免了预聚物反应缓慢，反应机理复杂，容易生成副产品物且影响下步反应的不利因素，减少污染物排放 80%，产品含量 $\geq 98\%$ ，收率 $\geq 92\%$ 。

具体实施方式：

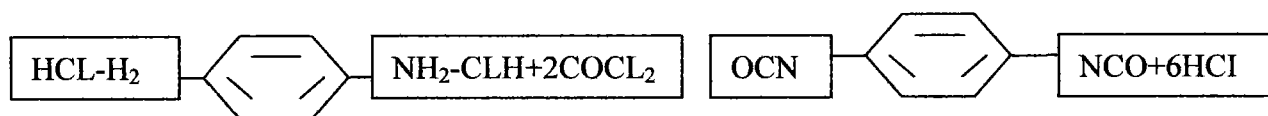
本具体实施方式采用以下技术工艺步骤：1、盐酸生成反应；2、成盐反应；3、光化反应；

所述的盐酸生成反应是将定量 POCl_3 真空抽入至计量槽在盐酸发生釜内放入定量的盐酸，慢慢滴加 POCl_3 反应生成 HCl ，反应式如下： $\text{POCl}_3 + 3\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{H}_3\text{PO}_4 + 3\text{HCl}$ ；

所述的成盐反应是将定量的溶剂邻二氯苯投入成盐反应釜中，加入定量的对苯二胺全回流状态加热，溶解对苯二胺，通入一定量的 HCl ，取样测试 PH 值，PH 值在 3~4 之间时，成盐结束，尾气去尾破处理，反应式如下：



所述的光化反应将对苯二胺盐酸盐—邻二氯苯混合液转至光化釜，控制温度全回流状态下通入光气反应，待反应物料澄清后判断为反应终点，通入定量氮气脱酸，取样分析待酸度含量合格后精馏、结晶、离心、干燥、包装或精馏切片包装，具体反应式如下：



本具体实施方式生产的对苯二异氰酸酯 (PPDI) 经国家农药产品

质量监督检验中心检验，所检项目符合 G/320381 GAJ01—2008《对苯二异氰酸酯》企业标准规定的要求。

本具体实施方式中对苯二异氰酸酯（PPDI）合成用主要原料：

原料名称	规格
1、对苯二胺	99.5%
2、盐酸	30%
3、三氯氧磷	99%
4、光气	自制
5、其他辅料	99.8