



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106916253 A

(43)申请公布日 2017.07.04

(21)申请号 201710115695.1 *C08F 230/04*(2006.01)
(22)申请日 2017.03.01 *C08F 232/06*(2006.01)
(66)本国优先权数据 *C07C 68/08*(2006.01)
201610691193.9 2016.08.21 CN *C07C 69/96*(2006.01)

(71)申请人 王琪宇
地址 432000 湖北省孝感市高新区群声村
南区便民路91号房5楼

(72)发明人 王琪宇

(51)Int.Cl.
C08F 261/04(2006.01)
C08F 214/08(2006.01)
C08F 216/36(2006.01)
C08F 230/02(2006.01)
C08F 230/08(2006.01)
C08F 232/08(2006.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54)发明名称
一种碳酸二烷基酯纯化助剂

(57)摘要
本发明提供了一种碳酸二烷基酯纯化助剂,其制备方法包括以下步骤:按重量份将100份偏氯乙烯分散到1000份水中,按比例加入双-(2-甲基烯丙基)环辛-1,5-二烯钨,(E)-1-(4-羟基-3-甲氧基苯基)癸-4-烯-3-酮,过硫酸铵和聚乙烯醇、4-磷酸巴豆酸三甲酯,1,3-二环己基-1,1,3,3-四[(降冰片烯-2-基)乙基二甲基硅氧基]二硅氧烷,5-降冰片烯-2-羧酸(2-甲基-2-金刚烷基)酯,升温,在80-110℃,反应10-18小时,产品过滤,烘干,即得到碳酸二烷基酯纯化助剂。

1. 一种碳酸二烷基酯纯化助剂,其特征在于其制备方法包括以下步骤:

按重量份将100份偏氯乙烯分散到1000份水中,按比例加入双-(2-甲基烯丙基)环辛-1,5-二烯钌,(E)-1-(4-羟基-3-甲氧基苯基)癸-4-烯-3-酮,过硫酸铵和聚乙烯醇、4-磷酸巴豆酸三甲酯,1,3-二环己基-1,1,3,3-四[(降冰片烯-2-基)乙基二甲基硅氧基]二硅氧烷,5-降冰片烯-2-羧酸(2-甲基-2-金刚烷基)酯,升温,在80-110℃,反应10-18小时,产品过滤,烘干,即得到碳酸二烷基酯纯化助剂。

2. 权利要求1所述的一种碳酸二烷基酯纯化助剂,其特征在于所述双-(2-甲基烯丙基)环辛-1,5-二烯钌的重量份比例为0.01-0.1份。

3. 权利要求1所述的一种碳酸二烷基酯纯化助剂,其特征在于所述(E)-1-(4-羟基-3-甲氧基苯基)癸-4-烯-3-酮的重量份比例为0.05-0.15份。

4. 权利要求1所述的一种碳酸二烷基酯纯化助剂,其特征在于所述过硫酸铵重量份比例为1-3份;聚乙烯醇重量份比例为1-2份。

5. 权利要求1所述的一种碳酸二烷基酯纯化助剂,其特征在于所述4-磷酸巴豆酸三甲酯重量份比例为0.01-0.1份。

6. 权利要求1所述的一种碳酸二烷基酯纯化助剂,其特征在于所述1,3-二环己基-1,1,3,3-四[(降冰片烯-2-基)乙基二甲基硅氧基]二硅氧烷重量份比例为0.01-0.1份。

7. 权利要求1所述的一种碳酸二烷基酯纯化助剂,其特征在于所述5-降冰片烯-2-羧酸(2-甲基-2-金刚烷基)酯重量份比例为0.05-0.15份。

一种碳酸二烷基酯纯化助剂

技术领域

[0001] 本发明涉及一种碳酸二烷基酯提纯方法,尤其涉及一种碳酸二烷基酯纯化助剂。

背景技术

[0002] 碳酸二烷基酯是一种重要的化工产品,可作为碳酸二芳基酯的前体,也可作为羧基化和甲基化试剂,作为聚碳酸酯的原料和某些化学试剂的溶剂。

[0003] CN102060709B 公开了一种提纯碳酸二烷基酯的特殊方法。尤其,本发明涉及在通过环状碳酸亚烃酯(例如碳酸亚乙酯或碳酸亚丙酯)与低级醇的催化酯基转移而制备低级碳酸二烷基酯中提纯碳酸二烷基酯/醇-混合物的连续方法。

[0004] CN101084179B 公开了一种利用醇如C1-C3醇与脲反应来制备碳酸二烷基酯的方法,其中进料中的水和氨基甲酸铵杂质在预反应器中除去。进料中的水和脲反应生成氨基甲酸铵,它和进料中原有的氨基甲酸铵一起分解为氨和二氧化碳。另外,在第一反应器中一些脲和醇反应生成氨基甲酸烷基酯,它是碳酸二烷基酯的前体。碳酸二烷基酯在第二反应区中生成。在稳态反应器操作下,不利的副产物N-烷基氨基甲酸烷基酯与氨、醇和碳酸二烷基酯一起连续地从第二反应区中蒸馏出去。N-烷基氨基甲酸烷基酯可在第三反应区中转化为杂环化合物,以作为固体从系统中除去。

[0005] 现有的碳酸二烷基酯生产或提纯方法,大多不采用纯化助剂或采用的纯化助剂吸附效果较差,导致碳酸二烷基酯产品的纯度有着较大限制。

发明内容

[0006] 本发明的目的是:提供一种碳酸二烷基酯纯化助剂,它可以应用于碳酸二烷基酯提纯精制中,其吸附速度快,吸附杂质量大,所以应用此纯化助剂生产的碳酸二烷基酯产品纯度高。其特征在于制备步骤包括:

将一定量的偏氯乙烯分散到水中,按下述比例加入双-(2-甲基烯丙基)环辛-1,5-二烯钌,(E)-1-(4-羟基-3-甲氧基苯基)癸-4-烯-3-酮,过硫酸铵和聚乙烯醇、4-磷酸巴豆酸三甲酯,1,3-二环己基-1,1,3,3-四[(降冰片烯-2-基)乙基二甲基硅氧基]二硅氧烷,5-降冰片烯-2-羧酸(2-甲基-2-金刚烷基)酯,升温,在80-110℃,反应10-18小时,产品过滤,烘干,即得到一种碳酸二烷基酯纯化助剂。

[0007] 组分 重量份

偏氯乙烯 100

双-(2-甲基烯丙基)环辛-1,5-二烯钌 0.01-0.1

(E)-1-(4-羟基-3-甲氧基苯基)癸-4-烯-3-酮 0.05-0.15

过硫酸铵 1-3

聚乙烯醇 1-2

4-磷酸巴豆酸三甲酯 0.01-0.1

1,3-二环己基-1,1,3,3-四[(降冰片烯-2-基)乙基二甲基硅氧基]二硅氧烷 0.01-0.1

5-降冰片烯-2-羧酸(2-甲基-2-金刚烷基)酯 0.05-0.15

水 1000

所述的双-(2-甲基烯丙基)环辛-1,5-二烯为市售产品,如西安凯丽新材料科技有限公司生产的产品;(E)-1-(4-羟基-3-甲氧基苯基)癸-4-烯-3-酮为市售产品,如南京安培化工科技有限公司生产的产品;4-磷酸巴豆酸三甲酯为市售产品,如上海鼎淼化学科技有限公司生产的产品;1,3-二环己基-1,1,3,3-四[(降冰片烯-2-基)乙基二甲基硅氧基]二硅氧烷为市售产品,如天津希恩斯生化科技有限公司生产的产品;5-降冰片烯-2-羧酸(2-甲基-2-金刚烷基)酯为市售产品,如阿尔法化工有限公司生产的产品。

[0008] 本发明的产品具有以下有益效果:

引入了双-(2-甲基烯丙基)环辛-1,5-二烯, (E)-1-(4-羟基-3-甲氧基苯基)癸-4-烯-3-酮, 4-磷酸巴豆酸三甲酯, 1,3-二环己基-1,1,3,3-四[(降冰片烯-2-基)乙基二甲基硅氧基]二硅氧烷, 5-降冰片烯-2-羧酸(2-甲基-2-金刚烷基)酯 作为聚合单体, 纯化助剂具有更强的热稳定性和化学稳定性, 比表面积高, 吸附速度快, 吸附杂质的量大, 所以生产出的碳酸二烷基酯产品纯度更高。

具体实施方式

[0009] 以下实例仅仅是进一步说明本发明, 并不是限制本发明保护的范围。

[0010] 实施例1

在2000L反应器中, 加入100kg偏氯乙烯, 1000Kg水, 0.05Kg双-(2-甲基烯丙基)环辛-1,5-二烯, 0.1Kg (E)-1-(4-羟基-3-甲氧基苯基)癸-4-烯-3-酮, 2Kg过硫酸铵, 1.5Kg聚乙烯醇, 0.05Kg4-磷酸巴豆酸三甲酯, 0.05Kg1,3-二环己基-1,1,3,3-四[(降冰片烯-2-基)乙基二甲基硅氧基]二硅氧烷, 0.1Kg5-降冰片烯-2-羧酸(2-甲基-2-金刚烷基)酯, 升温至95℃, 反应14h, 产品过滤, 烘干, 即得到碳酸二烷基酯纯化助剂。

[0011] 实施例2

在2000L反应器中, 加入100kg偏氯乙烯, 1000Kg水, 0.01Kg双-(2-甲基烯丙基)环辛-1,5-二烯, 0.05Kg (E)-1-(4-羟基-3-甲氧基苯基)癸-4-烯-3-酮, 1Kg过硫酸铵, 1Kg聚乙烯醇, 0.01Kg4-磷酸巴豆酸三甲酯, 0.01Kg1,3-二环己基-1,1,3,3-四[(降冰片烯-2-基)乙基二甲基硅氧基]二硅氧烷, 0.05Kg5-降冰片烯-2-羧酸(2-甲基-2-金刚烷基)酯, 升温至80℃, 反应10h, 产品过滤, 烘干, 即得到碳酸二烷基酯纯化助剂。

[0012] 实施例3

在2000L反应器中, 加入100kg偏氯乙烯, 1000Kg水, 0.1Kg双-(2-甲基烯丙基)环辛-1,5-二烯, 0.15Kg (E)-1-(4-羟基-3-甲氧基苯基)癸-4-烯-3-酮, 3Kg过硫酸铵, 2Kg聚乙烯醇, 0.1Kg4-磷酸巴豆酸三甲酯, 0.1Kg1,3-二环己基-1,1,3,3-四[(降冰片烯-2-基)乙基二甲基硅氧基]二硅氧烷, 0.15Kg5-降冰片烯-2-羧酸(2-甲基-2-金刚烷基)酯, 升温至110℃, 反应18h, 产品过滤, 烘干, 即得到碳酸二烷基酯纯化助剂。

[0013] 对比例1

不加入双-(2-甲基烯丙基)环辛-1,5-二烯, 其他条件同实施例1。

[0014] 对比例2

不加入(E)-1-(4-羟基-3-甲氧基苯基)癸-4-烯-3-酮,其他条件同实施例1。

[0015] 对比例3

不加入4-磷酸巴豆酸三甲酯,其他条件同实施例1。

[0016] 对比例4

不加入1,3-二环己基-1,1,3,3-四[(降冰片烯-2-基)乙基二甲基硅氧基]二硅氧烷,其他条件同实施例1。

[0017] 对比例5

不加入5-降冰片烯-2-羧酸(2-甲基-2-金1,3-二环己基-1,1,3,3-四[(降冰片烯-2-基)乙基二甲基硅氧基]二硅氧烷烷基)酯,其他条件同实施例1。

[0018] 对比例6

不加入本发明所生产的纯化助剂产品,用活性炭进行吸附。

[0019] 实施例4

将质量百分比浓度约为98%的碳酸二烷基酯粗产品通入装有500g实施例1-3和对比例1-6纯化助剂产品的1000L交换柱,温度70℃,流速0.5BV/h,条件下吸附提纯,用气相色谱检测流出液的质量百分含量,见表1。

[0020] 表1:不同工艺生产出的纯化助剂产品吸附后的碳酸二烷基酯产品纯度。

编号	碳酸二烷基酯纯度(%)
实施例1	99.4
实施例2	99.3
实施例3	99.6
对比例1	99.2
对比例2	99.1
对比例3	98.9
对比例4	99.0
对比例5	99.1
对比例6	98.6