(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 108409637 A
(43)申请公布日 2018.08.17

(21)申请号 201810378003.7

(22)申请日 2018.04.24

(71)申请人 宿迁联盛科技有限公司
地址 223809 江苏省宿迁市宿迁生态化工科技产业园扬子路88号

(72)发明人 祝君威 韩炎 王旭 胡新利

(74)专利代理机构 南京众联专利代理有限公司 32206
代理人 邓月芳

(51)Int.Cl.
C07D 211/02(2006.01)
C07D 211/58(2006.01)

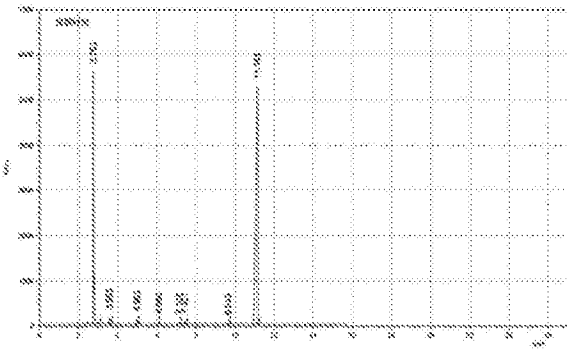
权利要求书1页 说明书5页 附图2页

(54)发明名称

一种光稳定剂中间体N-丁基-2,2,6,6-四甲基-4-哌啶胺的制备工艺

(57)摘要

本发明公开了一种光稳定剂中间体N-丁基-2,2,6,6-四甲基-4-哌啶胺的制备工艺，将三丙酮胺溶于过量正丁胺中，在金属催化剂的作用下，通氢气升温直接进行氢化还原胺化制得目标产物N-丁基-2,2,6,6-四甲基-4-哌啶胺。本工艺流程简单，未加入任何反应介质，产能大，副产物少，主原料三丙酮胺转化率高，过量副原料正丁胺可回收再套用。



CN 108409637 A

1.一种光稳定剂中间体N-丁基-2,2,6,6-四甲基-4-哌啶胺的制备工艺,其特征在于,将三丙酮胺溶于过量正丁胺中,在金属催化剂的作用下,通氢气升温直接进行氢化还原胺化制得目标产物N-丁基-2,2,6,6-四甲基-4-哌啶胺。

2.根据权利要求1所述的一种光稳定剂中间体N-丁基-2,2,6,6-四甲基-4-哌啶胺的制备工艺,其特征在于,三丙酮胺与正丁胺的质量比为1:0.7～1.5。

3.根据权利要求2所述的一种光稳定剂中间体N-丁基-2,2,6,6-四甲基-4-哌啶胺的制备工艺,其特征在于,步骤1)中,三丙酮胺与正丁胺的质量比为1:0.9～1.0。

4.根据权利要求1所述的一种光稳定剂中间体N-丁基-2,2,6,6-四甲基-4-哌啶胺的制备工艺,其特征在于,具体包括以下步骤:

1)将金属催化剂加入反应器中,再加入三丙酮胺和正丁胺,密封好进行氮气置换再氢气置换;

2)置换结束后,通入氢气至压力达到0.6～5.0MPa,开始升温并搅拌,至80～150℃,保温保压反应2-8h;

3)反应完全后,降温,氮气置换出氢气,过滤,滤液进行精馏,蒸出过量的正丁胺进行回收后,继续精馏即可得到N-丁基-2,2,6,6-四甲基-4-哌啶胺。

5.根据权利要求4所述的一种光稳定剂中间体N-丁基-2,2,6,6-四甲基-4-哌啶胺的制备工艺,其特征在于,步骤1)中,所述的金属催化剂为雷尼镍或骨架钴,金属催化剂的用量与三丙酮胺的质量比为0.1～0.4:1。

6.根据权利要求5所述的一种光稳定剂中间体N-丁基-2,2,6,6-四甲基-4-哌啶胺的制备工艺,其特征在于,金属催化剂的用量与三丙酮胺的质量比为0.2～0.25:1。

7.根据权利要求4所述的一种光稳定剂中间体N-丁基-2,2,6,6-四甲基-4-哌啶胺的制备工艺,其特征在于,步骤2)中,反应氢气压力为0.8～1.5MP,反应温度为100～120℃,反应时间为3-5h。

8.根据权利要求4所述的一种光稳定剂中间体N-丁基-2,2,6,6-四甲基-4-哌啶胺的制备工艺,其特征在于,步骤3)中,过滤所得的滤渣返回至步骤1)中重复利用。

9.根据权利要求4所述的一种光稳定剂中间体N-丁基-2,2,6,6-四甲基-4-哌啶胺的制备工艺,其特征在于,步骤3)中,过滤所得的滤液经精馏回收得到正丁胺返回至步骤1)中套用。

一种光稳定剂中间体N-丁基-2,2,6,6-四甲基-4-哌啶胺的制备工艺

技术领域

[0001] 本发明属于受阻胺光稳定剂领域，具体涉及一种光稳定剂中间体N-丁基-2,2,6,6-四甲基-4-哌啶胺的制备工艺。

背景技术

[0002] 受阻胺光稳定剂中间体N-丁基-2,2,6,6-四甲基-4-哌啶胺是目前市场上畅销或供不应求的光稳定剂119和光稳定剂2020的最直接原料，它的生产能力和成本也直接决定了光稳定剂119和光稳定剂2020的生产能力和成本。光稳定剂119是目前市场上耐酸低碱性能效果最好的光稳定剂，而光稳定剂2020是具备高热稳定性和光稳定性的，也具有很优异的塑料相溶性，其添加在塑料中也不会影响塑料的加工性能，突出的是应用在塑料抽丝编织行业。因此，本专利提出了一种新型的合成光稳定剂中间体N-丁基-2,2,6,6-四甲基-4-哌啶胺的工艺，它的价值就是为了能以更高的效率、更低的成本和持续性的生产受阻胺光稳定119和2020。

发明内容

[0003] 本发明提供了一种光稳定剂中间体N-丁基-2,2,6,6-四甲基-4-哌啶胺的制备工艺，工艺流程简单，未加入任何反应介质，产能大，副产物少，主原料三丙酮胺转化率高，过量副原料正丁胺可回收再套用。

[0004] 为了解决上述问题，本发明所采用的技术方案是这样的，一种光稳定剂中间体N-丁基-2,2,6,6-四甲基-4-哌啶胺的制备工艺，将三丙酮胺溶于过量正丁胺中，在金属催化剂的作用下，通氢气升温直接进行氢化还原胺化制得目标产物N-丁基-2,2,6,6-四甲基-4-哌啶胺。

[0005] 优选地，步骤1)中，三丙酮胺与正丁胺的质量比为1:0.7～1.5；进一步优选为1:0.9～1.0。

[0006] 具体包括以下步骤：

[0007] 1)将金属催化剂加入反应器中，再加入三丙酮胺和正丁胺，密封好进行氮气置换再氢气置换；

[0008] 2)置换结束后，通入氢气至压力达到0.6～5.0MPa，开始升温并搅拌，至80～150℃，保温保压反应2-8h；

[0009] 3)反应完全后，降温，氮气置换出氢气，过滤，滤液进行精馏即可得到N-丁基-2,2,6,6-四甲基-4-哌啶胺。

[0010] 优选地，步骤1)中，所述的金属催化剂为雷尼镍或骨架钴，金属催化剂的用量与三丙酮胺的质量比为0.1～0.4:1；进一步优选为0.2～0.25:1。

[0011] 优选地，步骤2)中，反应氢气压力为0.8～1.5MP，反应温度为100～120℃，反应时间为3-5h。

[0012] 优选地，步骤3)中，过滤所得的滤渣返回至步骤1)中重复利用。

[0013] 步骤3)中，过滤所得的滤液经精馏回收得到正丁胺返回至步骤1)中套用。

[0014] 有益效果：1、本工艺未使用任何反应介质，直接加入反应原料和催化剂，降低成本，同时也增大了产能，且副产物少，主原料三丙酮胺转化率高，反应结束后只剩目标产物和过量的正丁胺，而过量副原料正丁胺可回收再套用。

[0015] 2、工艺流程简单，所需设备少，便于操作。

[0016] 3、本工艺单耗低，后处理容易，单位时间内的产率高。

[0017] 说明书附图

[0018] 图1为实施例1反应液的气相色谱检测图谱；(其中，正丁胺、三丙酮胺和N-丁基-2,2,6,6-四甲基-4-哌啶胺对应保留时间分别为2.763min，7.107min和11.143min)；

[0019] 图2为实施例1经精馏后的反应液的气相色谱检测图谱；(N-丁基-2,2,6,6-四甲基-4-哌啶胺对应保留时间为11.527min)；

[0020] 图3为对比例反应液的气相色谱检测图谱(其中，异丁醇、正丁胺、三丙酮胺和N-丁基-2,2,6,6-四甲基-4-哌啶胺对应保留时间分别为2.423min、2.707min，7.190min和12.110min)；

[0021] 图4为对比例经精馏后的反应液的气相色谱检测图谱(N-丁基-2,2,6,6-四甲基-4-哌啶胺对应保留时间为11.410min)；

具体实施方式

[0022] 为了加深对本发明的理解，下面将结合实施例对本发明作进一步详述，该实施例仅用于解释本发明，并不构成对本发明保护范围的限定。

[0023] 实施例1

[0024] 在3L的高压釜内，加入1000g的三丙酮胺和700g的正丁胺，加入100g的催化剂，氮气和氢气分别置换，后通入氢气使釜内压力达0.6MP，开始升温并搅拌，至80℃，并维持釜内氢气压力不低于0.6MP，反应8小时后，取样检测合格，降温过滤，滤液精馏，蒸出过量的正丁胺，继续精馏即可得到纯度为99.2％的N-丁基-2,2,6,6-四甲基-4-哌啶胺1303g(,收率为95.3％。

[0025] 实施例2

[0026] 在3L的高压釜内，加入1000g的三丙酮胺和800g的正丁胺，加入150g的催化剂，氮气和氢气分别置换，后通入氢气使釜内压力达0.8MP，开始升温并搅拌，至90℃，并维持釜内氢气压力不低于0.8MP，反应6小时后，取样检测合格，降温过滤，滤液精馏，蒸出过量的正丁胺，继续精馏即可得到纯度为99.3％的N-丁基-2,2,6,6-四甲基-4-哌啶胺1312g，收率为95.9％。

[0027] 实施例3

[0028] 在3L的高压釜内，加入1000g的三丙酮胺和900g的正丁胺，加入250g的催化剂，氮气和氢气分别置换，后通入氢气使釜内压力达0.9MP，开始升温并搅拌，至100℃，并维持釜内氢气压力不低于0.9MP，反应5小时后，取样检测合格，降温过滤，滤液精馏，蒸出过量的正丁胺，继续精馏即可得到纯度为99.3％的N-丁基-2,2,6,6-四甲基-4-哌啶胺1332g，收率为97.4％。

[0029] 实施例4

[0030] 在4L的高压釜内，加入1000g的三丙酮胺和1000g的正丁胺，加入300g的催化剂，氮气和氢气分别置换，后通入氢气使釜内压力达1.0MP，开始升温并搅拌，至105℃，并维持釜内氢气压力不低于1.0MP，反应4.5小时后，取样检测合格(气相色谱检测结果见图1，其分析结果如表2所示，由图1和表1可看出，反应后反应液中三丙酮胺残留仅有0.1232%，由此说明三丙酮胺几乎反应完)，降温过滤，滤液精馏，蒸出过量的正丁胺，继续精馏即可得到纯度为99.9%的N-丁基-2,2,6,6-四甲基-4-哌啶胺1324g(气相色谱检测结果见图2，其分析结果如表2所示)，收率为96.8%。

[0031] 表1

[0032]

保留时间	面积	面积百分比
2.763	72287444	21.941
3.583	1753637	0.5316
4.983	1986949	0.6023
6.060	51998	0.1576
7.107	406414	0.1232
7.427	812471	0.2463
9.643	189188	0.0574
11.143	251913027	76.3676
总计	329869118	100.00

[0033]

[0034] 表2

保留时间	面积	面积百分比
4.167	375228	0.0178
5.147	45666	0.0022
7.143	91548	0.0044
7.457	34878	0.0165
11.527	2103528567	99.9591
总计	2104389727	100.0000

[0035]

[0036] 实施例5

[0037] 在4L的高压釜内，加入1000g的三丙酮胺和1100g的正丁胺，加入350g的催化剂，氮气和氢气分别置换，后通入氢气使釜内压力达1.2MP，开始升温并搅拌，至105℃，并维持釜内氢气压力不低于1.2MP，反应4小时后，取样检测合格，降温过滤，滤液精馏，蒸出过量的正丁胺，继续精馏即可得到纯度为99.5%的N-丁基-2,2,6,6-四甲基-4-哌啶胺1305g，收率为

95.4%。

[0038] 实施例6

[0039] 在4L的高压釜内，加入1000g的三丙酮胺和1400g的正丁胺，加入400g的催化剂，氮气和氢气分别置换，后通入氢气使釜内压力达2.5MP，开始升温并搅拌，至125℃，并维持釜内氢气压力不低于2.5MP，反应2.5小时后，取样检测合格，降温过滤，滤液精馏，蒸出过量的正丁胺，继续精馏即可得到纯度为99.6%的N-丁基-2,2,6,6-四甲基-4-哌啶胺1316g，收率为96.2%。

[0040] 实施例7

[0041] 在4L的高压釜内，加入1000g的三丙酮胺和1500g的正丁胺，加入400g的催化剂，氮气和氢气分别置换，后通入氢气使釜内压力达3.5MP，开始升温并搅拌，至125℃，并维持釜内氢气压力不低于3.5MP，反应2小时后，取样检测合格，降温过滤，滤液精馏，蒸出过量的正丁胺，继续精馏即可得到纯度为99.4%的N-丁基-2,2,6,6-四甲基-4-哌啶胺1324g，收率为96.8%。

[0042] 对比例

[0043] 在4L的高压釜内，加入1000g的三丙酮胺和1000g的正丁胺，再加入500g异丙醇溶剂，加入150g的催化剂，氮气和氢气分别置换，后通入氢气使釜内压力达0.8MP，开始升温并搅拌，至90℃，并维持釜内氢气压力不低于0.8MP，反应5小时后，取样检测后(气相色谱检测结果见图3，其分析结果如表3所示，由图3和表3可看出，三丙酮胺残留有0.374%，副产物2,2,6,6-四甲基-4-哌啶醇，对应保留时间为7.963min，含量达4.451%)，降温过滤，滤液精馏，蒸出溶剂异丁醇和过量的正丁胺，继续精馏去除副产物2,2,6,6-四甲基-4-哌啶醇，即可得到纯度为97.09%的N-丁基-2,2,6,6-四甲基-4-哌啶胺1216g(气相色谱检测结果见图4，其分析结果如表4所示)，收率为88.9%。

[0044] 表3

[0045]

保留时间	面积	面积百分比
2.423	353815144	25.980
3.707	185197889	13.599
3.997	4872063	0.358
7.190	5098789	0.374
7.363	1119289	0.082
7.963	60617133	4.451
10.590	1289733	0.095
12.110	749839636	55.060
总计	1361849676	100.00

[0046] 表4

[0047]

保留时间	面积	面积百分比
2.770	2546758	0.1681
4.393	1258270	0.0830
4.977	1639384	0.1082
6.053	22060908	0.1456
7.093	5767027	0.3806
7.447	10467367	0.6908
7.923	130009274	0.8585
8.790	4241096	0.2799
9.637	2919053	0.1926
11.410	1471227119	97.0926
总计	1515282256	100.0000

[0048] 以上所述仅为本发明的较佳实施例而已，并不用以限制本发明，凡在本发明的精神和原则之内，所作的任何修改、等同替换、改进等，均应包含在本发明的保护范围之内。

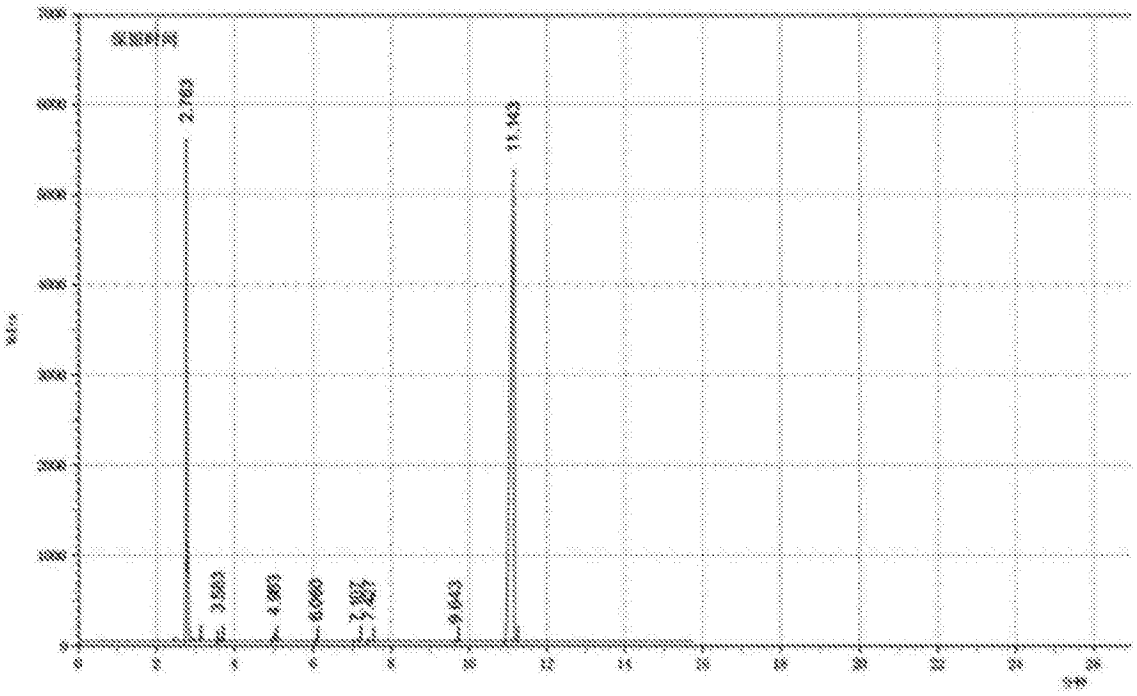


图1

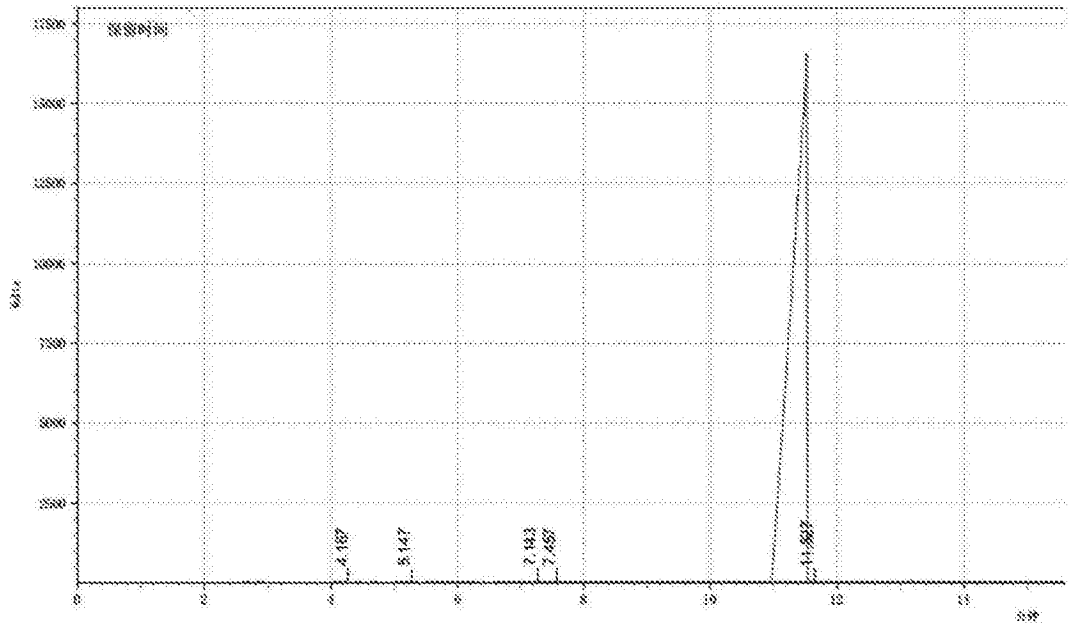


图2

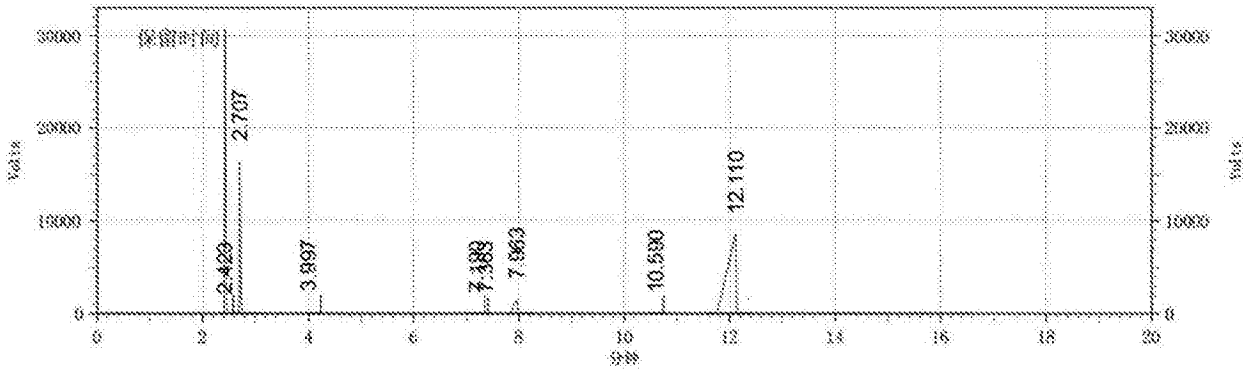

2.707
2.429
3.997
7.383
7.863
10.530
12.110

图3

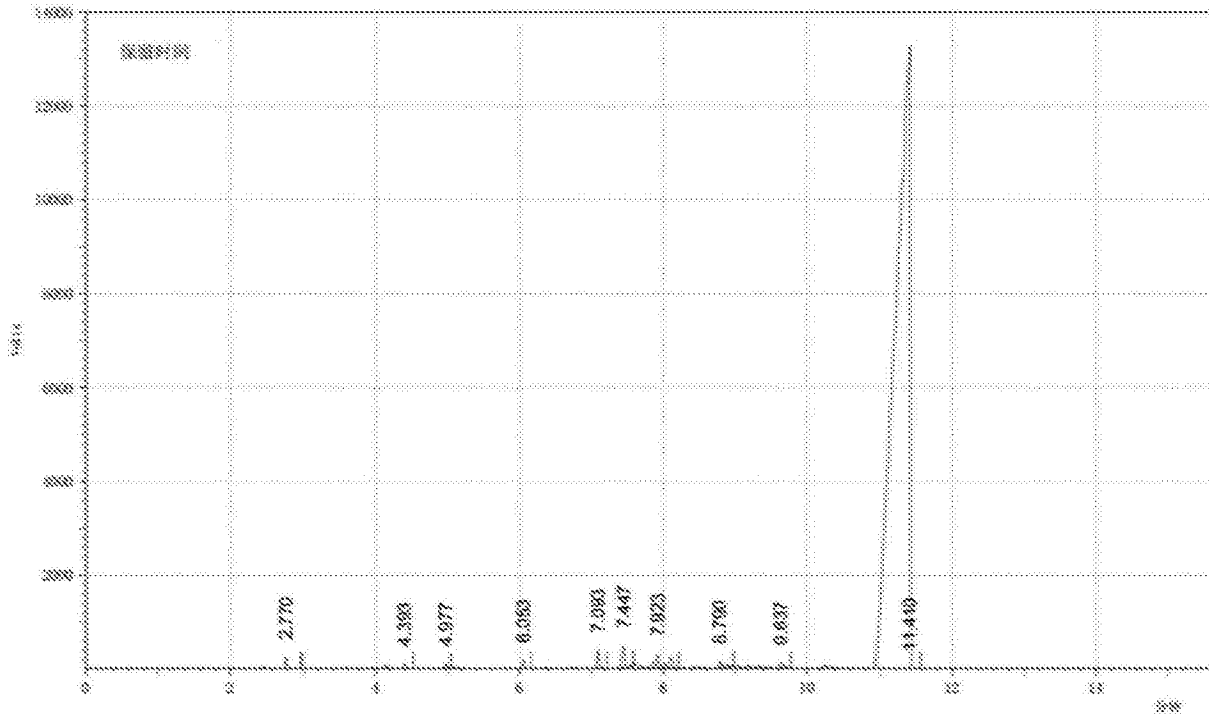

2.770
4.388
4.977
6.393
7.083
7.447
7.923
8.790
9.637
11.449

图4