



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 201 417** ⁽¹³⁾ **C2**
(51) МПК⁷ **C 07 C 213/00, 215/46**

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

(21), (22) Заявка: 2001114101/04, 22.05.2001

(24) Дата начала действия патента: 22.05.2001

(46) Дата публикации: 27.03.2003

(56) Ссылки: RU 2146666 C1, 20.03.2000. SU 1596699 A1, 10.03.1996. SU 627123 A, 17.08.1978. US 4952732 A, 28.08.1990. GB 1297088 A, 22.11.1972.

(98) Адрес для переписки:
453110, Башкортостан, г. Стерлитамак,
Техническая, 10, ЗАО "СНХЗ", Патентный отдел,
В.А. Артамоновой

(71) Заявитель:

ЗАО "Стерлитамакский нефтехимический завод"

(72) Изобретатель: Кондратьев В.В.,

Ниязов Н.А., Сурков В.Д., Туктаров

А.Ф., Туктарова Л.А.

(73) Патентообладатель:

ЗАО "Стерлитамакский нефтехимический завод"

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ N,N-ДИМЕТИЛ(3,5-ДИ-ТРЕТ-БУТИЛ-4-ОКСИБЕНЗИЛ)АМИНА

(57)

Изобретение относится к способу получения N,N-диметил(3,5-ди-третбутил-4-оксибензил)амина, который является ингибитором окислительных радикальных процессов и используется для стабилизации полиолефинов, синтетических каучуков, топлив. Способ включает конденсацию 2,6-ди-трет-бутилфенола с аминометилирующим агентом в присутствии водного раствора формальдегида в спиртовой среде при повышенной температуре. В

качестве аминометилирующего агента используют отход производства 2,6-ди-трет-бутил-4-метилфенола (Агидола-1), содержащий спирт, следующего состава, мас. %: триметиламин - 0,1-0,5; диметиламин - 4,0-15,0; бисамин - 15,0-25,0; вода - 0,5-10,0; метанол - остальное до 100, и процесс ведут при 70-80°C. Способ позволяет снизить себестоимость целевого продукта и утилизировать отход производства 2,6-ди-трет-бутил-4-метилфенола (Агидола-1). 1 табл.



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 201 417** ⁽¹³⁾ **C2**
(51) Int. Cl.⁷ **C 07 C 213/00, 215/46**

RUSSIAN AGENCY
FOR PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: 2001114101/04 , 22.05.2001
(24) Effective date for property rights: 22.05.2001
(46) Date of publication: 27.03.2003
(98) Mail address:
453110, Bashkortostan, g. Sterlitamak,
Tekhnicheskaja, 10, ZAO "SNKhZ", Patentnyj
otdel, V.A. Artamonovoj

(71) Applicant:
ZAO "Sterlitamaskij neftekhimicheskij zavod"
(72) Inventor: Kondrat'ev V.V.,
Nijazov N.A., Surkov V.D., Tuktarov
A.F., Tuktarova L.A.
(73) Proprietor:
ZAO "Sterlitamaskij neftekhimicheskij zavod"

(54) **METHOD OF PREPARING N,N-DIMETHYL(3,5-DI-TERT-BUTYL-4-HYDROXYBENZYL)AMINE**

(57) Abstract:

FIELD: industrial organic synthesis.
SUBSTANCE: N,N-dimethyl(3,5-di-t-butyl-4-hydroxybenzyl)amine, which is radical oxidation process inhibitor, appropriate for stabilizing polyolefins, synthetic rubbers, and fuels, is prepared by condensation of 2,6-di-t-butylphenol with aminomethylation agent in presence of aqueous formaldehyde solution in alcohol medium at elevated

temperature, said aminomethylation agent being 2,6-di-t-butyl-4-methylphenol production waste containing, wt %: trimethylamine 0.1-0.5, dimethylamine 4.0-15.0, bisamine 15.0-25.0, water 0.5-10.0, and methanol - the balance. Condensation is carried out at 70-80 C. EFFECT: reduced price cost of product due to use of refused raw material. 1 tbl

Изобретение относится к органической химии, а именно к способу получения аминометилированных производных пространственно-затрудненных фенолов, которые являются ингибиторами окислительных радикальных процессов и используются для стабилизации полиолефинов, синтетических каучуков, топлив.

Известен способ получения N, N-диметил-(3,5-ди-трет-бутил-4-оксибензил)-амина (основания Манниха) взаимодействием смеси 2,6-ди-трет-бутилфенола (2,6-диТБФ) и диметиламина с формальдегидом при 75-78 °С в среде изопропанола (С. Б. Билатов, М.М.Мовсумзаде, Ф.Д.Алиева. 3,5-ди-трет-бутил-4-гидроксibenзил-N, N-диалкиламины и N,N-бис-(3,5-ди-трет-бутил-4-гидроксibenзил)-N-алкил(арил)амины в качестве стабилизаторов к реактивным топливам, ж. "Нефтехимия", т. 32, 6, 1992, с.554; В.В.Ершов, Г.А.Никифоров, А.А.Володькин. Пространственно затрудненные фенолы. М.: Химия, 1972, с.243).

Недостатком способа является использование водного раствора формалина, что способствует образованию большого количества сточных вод, и высокая себестоимость целевого продукта.

Наиболее близким техническим решением - прототипом является способ получения N, N-диметил-(3,5-ди-трет-бутил-4-оксибензил)-амина взаимодействием аминометилирующего агента в качестве которого используют диметиламин, 2,6-диТБФ и водного раствора формальдегида в присутствии катализатора при 100-110°С [А.с. СССР N 1596699, МПК С 07 С 215/28, 1988 г.].

Недостатками данного способа являются:

- сравнительно высокая температура проводимой реакции;
- использование кислотного катализатора, что дополнительно корродирует оборудование;
- использование большого количества водного формальдегида, что приводит к образованию значительного количества сточных вод.

Все эти недостатки существенно сказываются на себестоимости целевого продукта.

Технической задачей данного изобретения является снижение себестоимости целевого продукта, утилизация отходов производства 2,6-ди-трет-бутил-4-метил-фенола (Агидола-1), получаемого на ЗАО "Стерлитамакский нефтехимический завод" согласно ТР.2.03.058-96.

Техническая задача достигается использованием в качестве аминометилирующего агента отхода производства Агидола-1 (стадия получения основания Манниха) следующего состава (легкая фракция аминов (ЛФА), мас. %

Триметиламин - 0,1-0,5
Диметиламин - 4,0-15,0
N,N-Тетра-метил-метилден-бисамин (бисамин) - 15,0-25,0
Вода - 0,5-10,0

Метанол - Остальное до 100
ЛФА представляет собой смесь аминов, растворенную в спиртовой среде, в качестве которой используется метанол.

Неожиданным эффектом является то, что

одновременно параллельно протекают реакции 2,6-диТБФ с бисамином и 2,6-диТБФ с диметиламином и формальдегидом, что позволяет говорить о повышении селективности процесса.

5 Процесс осуществляют следующим образом.

В реактор, снабженный мешалкой, рубашкой для обогрева, загружают 2,6-диТБФ и ЛФА. Процесс конденсации проводят при 10 температуре в реакторе 65-80°С в течение 80-90 мин. Одновременно в реакционную смесь вводят порционно формалин. Затем смесь охлаждают, выпавшие кристаллы отфильтровывают. Получают целевой продукт N, N-диметил-(3,5-ди-трет-бутил-4-оксибензил)-а 15 мин. Выход целевого продукта составляет 95-97%. Температура плавления 92-93 °С.

Водно-метанольный состав после 20 фильтрации со следами аминов подвергают ректификации для регенерации метанола.

Для осуществления способа исходные продукты должны соответствовать 25 следующим требованиям 2,6-диТБФ соответствует ТУ 38.103375-80; формалин - ГОСТ - 1625-89.

Сущность заявляемого изобретения 25 подтверждается следующими примерами.

Пример 1. В реактор, снабженный мешалкой, рубашкой для обогрева, загружают 28,3 г (0,137 моль) 2,6-диТБФ и 34 г ЛФА, содержащей 0,1% триметиламина, 5% диметиламина, 15% бисамина, 0,5% воды, 30 79,4% метанола. Реакционную смесь нагревают до температуры 80°С и выдерживают 90 мин. Одновременно в реакционную смесь прикапывают при той же температуре 8 мл формалина. Затем смесь 35 охлаждают, выпавшие кристаллы отфильтровывают. Получают 36,1 г белых кристаллов. Выход составляет 95%. Температура плавления 92-93 °С.

Водно-метанольный состав (14% воды и 40 86% метанола) со следами аминов подвергают ректификации для регенерации метанола.

Элементный анализ N,N-диметил-(3,5-ди-трет-бутил-4-оксибензил)-амина:

45 Найдено, %: C=78,36; H=11,59; N=4,92;
Вычислено, %: C=78,29; H=11,41; N=4,80.

Примеры по осуществлению способа при 45 других условиях сведены в таблицу.

На основании приведенных примеров 50 видно, что квалифицированное использование ЛФА (отхода производства Агидола-1) позволит получить с высоким выходом целевой продукт - N,N-диметил-(3,5-ди-трет-бутил-4-оксибензил)-амин, который находит применение в 55 качестве стабилизатора для синтетических каучуков, полиолефинов, топлив, а также в качестве ингибитора окислительных процессов.

Отогнанный после реакции метанол можно 60 использовать как реагент для получения диметиламина и растворителя. Использование в качестве аминометилирующего агента отхода производства позволит снизить себестоимость целевого продукта, а также себестоимость процесса получения Агидола-1.

Формула изобретения:

Способ получения N,N-диметил(3,5-ди-трет-бутил-4-оксibenзил)амина конденсацией 2,6-ди-трет-бутилфенола с аминометилирующим агентом в присутствии водного раствора формальдегида в спиртовой среде при повышенной температуре, отличающийся тем, что в качестве аминометилирующего агента используют

отход производства 2,6-ди-трет-бутил-4-метилфенола (Агидола-1), содержащий спирт, следующего состава, мас. %:

5 Триметиламин - 0,1-0,5
Диметиламин - 4,0-15,0
Бисамин - 15,0-25,0
Вода - 0,5-10,0
Метанол - Остальное
и процесс ведут при 70-80°C.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

При мер	Состав ЛФА, мас. %	Загрузка			Температура, °С		Выход целевого продукта	
		2,6-диТБФ. моль	формалин, мл	ЛФА, г	синтеза	плавл. целевого продукта	мас. %	г
2	триметиламин - 0,2 диметиламин - 6 бисамин - 20 вода - 0,8 метанол - 73	0,139	9	30	70	93,5-94,5	95,5	38,78
3	триметиламин - 0,3 диметиламин - 8 бисамин - 22 вода - 2,7 метанол - 67	0,14	8,5	28	65	93,0-94,5	94,8	39,3
4	триметиламин - 0,4 диметиламин - 10 бисамин - 20 вода - 10 метанол - 59,6	0,141	9,2	29	75	92,5-94,0	95,3	40,2
5	триметиламин - 0,5 диметиламин - 10 бисамин - 25 вода - 1 метанол - 63,5	0,142	9,3	30	70	93,0-94,5	96,0	42,05