



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 107200691 A

(43)申请公布日 2017.09.26

(21)申请号 201710421972.1

(22)申请日 2017.06.07

(71)申请人 江苏蓝丰生物化工股份有限公司
地址 221400 江苏省徐州市新沂市经济开发
区苏化路1号

(72)发明人 纪传武 骆志才 朱新江 曾磊
李欣

(74)专利代理机构 北京远大卓悦知识产权代理
事务所(普通合伙) 11369
代理人 史霞

(51)Int.Cl.

C07C 209/00(2006.01)

C07C 211/52(2006.01)

C07C 211/51(2006.01)

权利要求书1页 说明书4页

(54)发明名称

取代类对苯二胺盐酸盐的制备方法

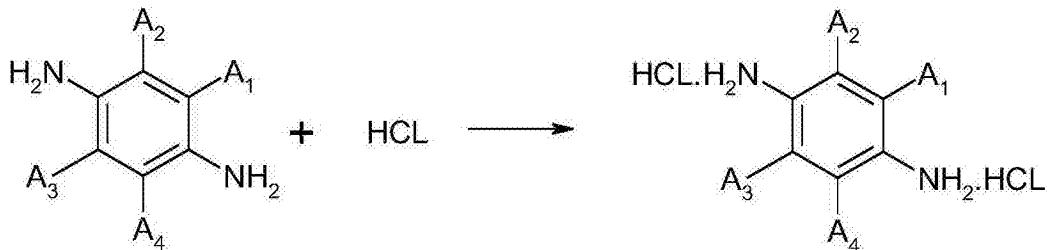
(57)摘要

本发明公开了一种取代类对苯二胺盐酸盐的制备方法,包括以下步骤:将对苯二胺和氯化氢在乙腈溶剂中,在催化剂作用下反应生产取代类对苯二胺盐酸盐。本发明方法采用乙腈作为溶剂,不产生废水,而且利于溶剂的回收再利用,大大节省了人力和水资源,本方法还可以提高产品的纯度。

1. 一种取代类对苯二胺盐酸盐的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

将对苯二胺和氯化氢在乙腈溶剂中,在催化剂作用下反应生产取代类对苯二胺盐酸盐。

2. 如权利要求1所述的取代类对苯二胺盐酸盐的制备方法,其特征在于,所述取代类对苯二胺盐酸盐化学反应式如下式所示:



A1、A2、A3、A4, 分别代表 (1)、卤基-Cl、-F或-Br (2)、烷基 $\text{C}_n\text{H}_{2n+1}$ $n=0, 1, 2, \dots, 9$ 。

3. 如权利要求1所述的取代类对苯二胺盐酸盐的制备方法,其特征在于,还包括以下步骤:将取代类对苯二胺溶解在乙腈溶剂中,在 $-20\sim 80^\circ\text{C}$ 下向乙腈溶剂中持续通入氯化氢气体30-600min,之后过滤得产品。

4. 如权利要求3所述的取代类对苯二胺盐酸盐的制备方法,其特征在于,还包括以下步骤:将取代类对苯二胺溶解在乙腈溶剂中,在 $0\sim 60^\circ\text{C}$ 下向乙腈溶剂中持续通入氯化氢气体60-200min,之后降温过滤得产品。

5. 如权利要求3所述的取代类对苯二胺盐酸盐的制备方法,其特征在于,还包括以下步骤:将取代类对苯二胺溶解在乙腈溶剂中,在 $20\sim 55^\circ\text{C}$ 下向乙腈溶剂中持续通入氯化氢气体80-120min,之后降温过滤得产品。

6. 如权利要求1所述的取代类对苯二胺盐酸盐的制备方法,其特征在于,所述乙腈与所述第一种取代类对苯二胺盐酸盐的体积摩尔比为200-1000ml:1mol。

7. 如权利要求1所述的取代类对苯二胺盐酸盐的制备方法,其特征在于,对苯二胺与氯化氢的摩尔比为1:2-5。

8. 如权利要求1所述的取代类对苯二胺盐酸盐的制备方法,其特征在于,对苯二胺与氯化氢的摩尔比为1:3。

取代类对苯二胺盐酸盐的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及精细化工技术领域,特别涉及一种取代类对苯二胺盐酸盐的制备方法。

背景技术

[0002] 取代类对苯二胺盐酸盐作为一种中间体,其主要用于合成异氰酸酯。目前市场该产品合成方法:采用水作为溶剂,这种方法产生大量的废水,在环保要求日益严格的今天生存能力受到严重限制。

[0003] 基于上述缺点,本发明通过更改产品的溶剂,提出了更为合理的工艺条件,提供一种更环保的制备方法。

发明内容

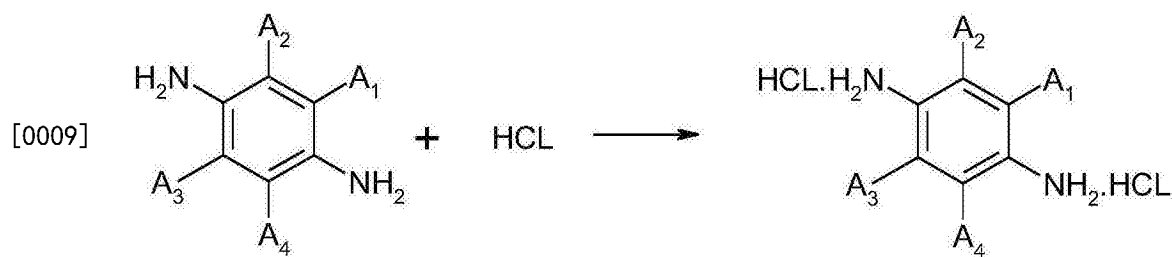
[0004] 本发明的一个目的是解决至少上述问题,并提供至少后面将说明的优点。

[0005] 本发明还有一个目的是提供一种取代类对苯二胺盐酸盐的制备方法,其采用乙腈作为溶剂,不产生废水,而且利于溶剂的回收再利用,大大节省了人力和水资源,本方法还可以提高产品的纯度。

[0006] 为了实现根据本发明的这些目的和其它优点,提供了一种取代类对苯二胺盐酸盐的制备方法,包括以下步骤:

[0007] 将对苯二胺和氯化氢在乙腈溶剂中,在催化剂作用下反应生产取代类对苯二胺盐酸盐。

[0008] 优选的是,所述取代类对苯二胺盐酸盐化学反应式如下式所示:



[0010] A1、A2、A3、A4,分别代表(1)、卤基-Cl、-F或-Br (2)、烷基 $\text{C}_n\text{H}_{2n+1}$ $n=0、1、2、\dots、9$ 。

[0011] 优选的是,还包括以下步骤:将取代类对苯二胺溶解在乙腈溶剂中,在 $-20\sim 80^\circ\text{C}$ 下向乙腈溶剂中持续通入氯化氢气体30-600min,之后过滤得产品。

[0012] 优选的是,还包括以下步骤:将取代类对苯二胺溶解在乙腈溶剂中,在 $0\sim 60^\circ\text{C}$ 下向乙腈溶剂中持续通入氯化氢气体60-200min,之后降温过滤得产品。

[0013] 优选的是,还包括以下步骤:将取代类对苯二胺溶解在乙腈溶剂中,在 $20\sim 55^\circ\text{C}$ 下向乙腈溶剂中持续通入氯化氢气体80-120min,之后降温过滤得产品。

[0014] 优选的是,所述乙腈与所述第一种取代类对苯二胺盐酸盐的体积摩尔比为200-1000ml:1mol。

[0015] 优选的是,对苯二胺与氯化氢的摩尔比为1:2-5。

[0016] 优选的是,对苯二胺与氯化氢的摩尔比为1:3。

[0017] 本发明至少包括以下有益效果:

[0018] 与现有工艺相比,本发明使用乙腈作为溶剂,代替水从而减少废水的排放,减少环保处理,降低环保费用,同时还可以回收溶剂进行再利用,提高产品中取代类对苯二胺盐酸盐的纯度,产品中取代类对苯二胺盐酸盐的含量高达99.5%。

[0019] 本发明的其它优点、目标和特征将部分通过下面的说明体现,部分还将通过对本发明的研究和实践而为本领域的技术人员所理解。

具体实施方式

[0020] 下面结合实施例对本发明做进一步的详细说明,以令本领域技术人员参照说明书文字能够据以实施。

[0021] 应当理解,本文所使用的诸如“具有”、“包含”以及“包括”术语并不配出一个或多个其它元件或其组合的存在或添加。

[0022] 如无特别说明,本发明实施例中采用的原料均为市购。

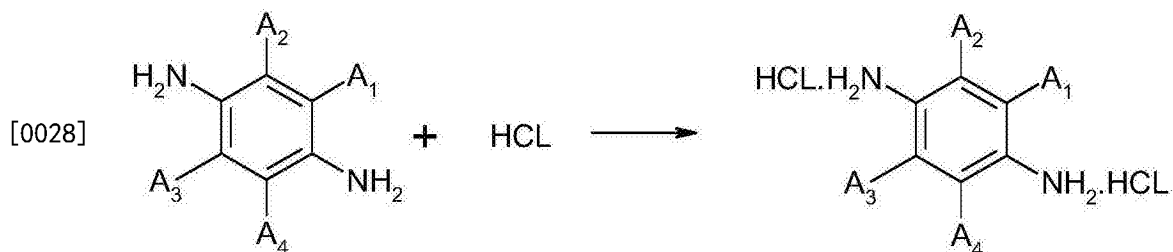
[0023] 实施例1

[0024] 本发明提供一种取代类对苯二胺盐酸盐的制备方法,包括以下步骤:

[0025] 将取代类对苯二胺溶解在乙腈溶剂中,在-20~80℃下向乙腈溶剂中持续通入氯化氢气体30min,之后过滤得产品;

[0026] 其中,所述乙腈与所述第一种取代类对苯二胺盐酸盐的体积摩尔比为200ml:1mol;对苯二胺与氯化氢的摩尔比为1:3;

[0027] 所述取代类对苯二胺盐酸盐化学反应式如下式所示:



[0029] A1、A2、A3、A4,分别代表(1)、卤基-Cl、-F或-Br(2)、烷基 C_nH_{2n+1} $n=0,1,2,\dots,9$ 。

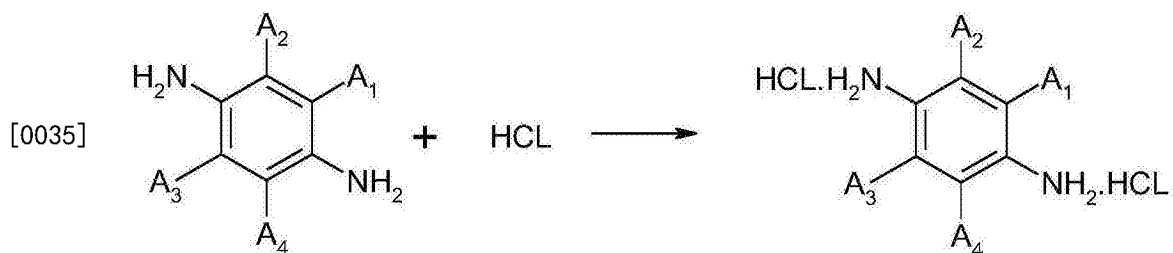
[0030] 实施例2

[0031] 将取代类对苯二胺溶解在乙腈溶剂中,在0℃下向乙腈溶剂中持续通入氯化氢气体60min,之后降温过滤得产品。

[0032] 所述乙腈与所述第一种取代类对苯二胺盐酸盐的体积摩尔比为600ml:1mol。

[0033] 对苯二胺与氯化氢的摩尔比为1:2。

[0034] 所述取代类对苯二胺盐酸盐化学反应式如下式所示:



[0036] A₁、A₂、A₃、A₄，分别代表(1)、卤基-Cl、-F或-Br(2)、烷基C_nH_{2n+1}n=0、1、2……9。

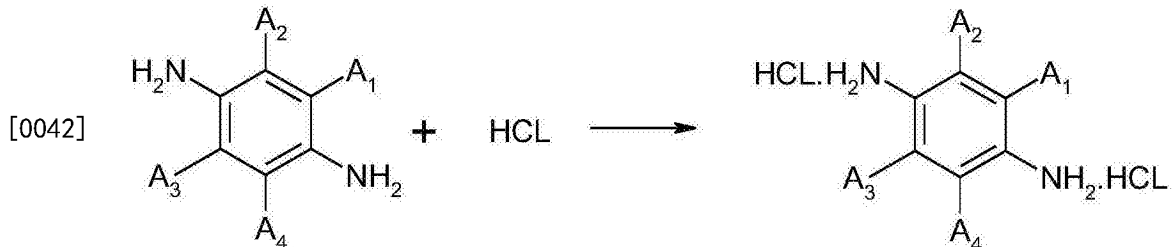
[0037] 实施例3

[0038] 将取代类对苯二胺溶解在乙腈溶剂中，在55℃下向乙腈溶剂中持续通入氯化氢气体120min，之后降温过滤得产品。

[0039] 所述乙腈与所述第一种取代类对苯二胺盐酸盐的体积摩尔比为1000ml:1mol。

[0040] 对苯二胺与氯化氢的摩尔比为1:4。

[0041] 所述取代类对苯二胺盐酸盐化学反应式如下式所示：



[0043] A₁、A₂、A₃、A₄，分别代表(1)、卤基-Cl、-F或-Br(2)、烷基C_nH_{2n+1}n=0、1、2……9。

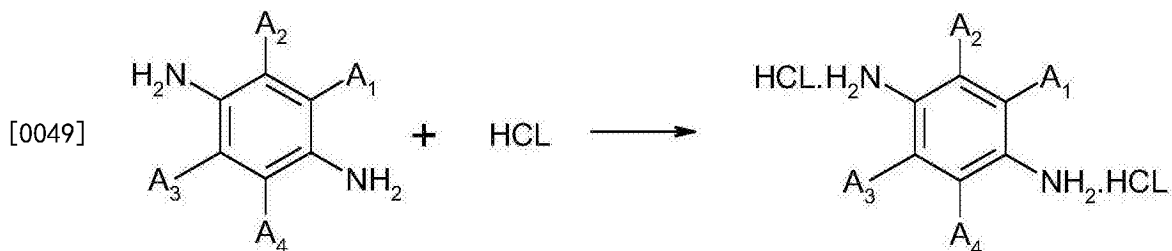
[0044] 实施例4

[0045] 将取代类对苯二胺溶解在乙腈溶剂中，在70℃下向乙腈溶剂中持续通入氯化氢气体300min，之后降温过滤得产品。

[0046] 所述乙腈与所述第一种取代类对苯二胺盐酸盐的体积摩尔比为800ml:1mol。

[0047] 对苯二胺与氯化氢的摩尔比为1:5。

[0048] 所述取代类对苯二胺盐酸盐化学反应式如下式所示：



[0050] A₁、A₂、A₃、A₄，分别代表(1)、卤基-Cl、-F或-Br(2)、烷基C_nH_{2n+1}n=0、1、2……9。

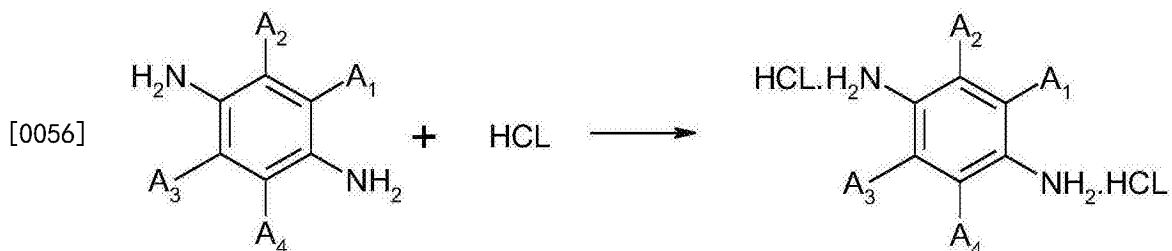
[0051] 实施例5

[0052] 将取代类对苯二胺溶解在乙腈溶剂中，在80℃下向乙腈溶剂中持续通入氯化氢气体600min，之后降温过滤得产品。

[0053] 所述乙腈与所述第一种取代类对苯二胺盐酸盐的体积摩尔比为400ml:1mol。

[0054] 对苯二胺与氯化氢的摩尔比为1:3。

[0055] 所述取代类对苯二胺盐酸盐化学反应式如下式所示：



[0057] A₁、A₂、A₃、A₄，分别代表(1)、卤基-Cl、-F或-Br(2)、烷基C_nH_{2n+1}n=0、1、2……9。

[0058] 应用上述实施例的方法进行生产和检测,具体步骤及制备结果如下:

[0059] 实施例6

[0060] 在带有机械搅拌、温度计和回流冷凝器的500ml的反应瓶中加入100g的对苯二胺(99%的工业品),和一定量乙腈,开启搅拌,将混合物加热到40~50℃左右,溶解1小时,通入氯化氢2小时,保温2小时结束,降温过滤干燥得产品,含量99.5%,收率98%。母液已腈溶剂处理后套用。

[0061] 对比例1

[0062] 在带有机械搅拌、温度计和回流冷凝器的500ml的反应瓶中加入50g的对苯二胺(99%的工业品)、100g水,开启搅拌,将混合物加热到-5~5℃左右,溶解0.5小时,然后2小时内滴加30%盐酸150ml,滴加完毕保温1小时结束,过滤干燥得产品,含量98.5%,收率95%。母液废水进入环保处理。

[0063] 与现有工艺的对比例1相比,本发明的实施例6使用乙腈作为溶剂,代替水从而减少废水的排放,减少环保处理,降低环保费用,同时还可以回收溶剂进行再利用,提高产品中取代类对苯二胺盐酸盐的纯度,产品中取代类对苯二胺盐酸盐的含量高达99.5%。

[0064] 尽管本发明的实施方案已公开如上,但其并不仅仅限于说明书和实施方式中所列运用,它完全可以被适用于各种适合本发明的领域,对于熟悉本领域的人员而言,可容易地实现另外的修改,因此在不背离说明书及等同范围所限定的一般概念下,本发明并不限于特定的细节和这里示出与描述的实施例。