



## (12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 112940022 A

(43) 申请公布日 2021.06.11

(21) 申请号 201911258830.3

(22) 申请日 2019.12.10

(71) 申请人 威智医药有限公司

地址 277514 山东省枣庄市滕州市生物医  
药产业园威智大道88号

(72) 发明人 王文才 魏彦君 黄富华 徐青景  
邢艳平 殷亮

(74) 专利代理机构 上海弼兴律师事务所 31283  
代理人 胡美强 蔡立丰

(51) Int.Cl.

C07F 5/02 (2006.01)

权利要求书2页 说明书6页

(54) 发明名称

一种二甲胺硼烷的制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种二甲胺硼烷的制备方法，其包括以下步骤：在溶剂中，在磷酸二氢钾或磷酸存在下，将二甲胺或其盐酸盐与含 $\text{BH}_4^-$ 离子的硼氢化物进行反应，得到二甲胺硼烷即可；所述的溶剂为水，或水和有机溶剂的混合溶剂。本发明公开的二甲胺硼烷的制备方法条件温和、收率高、纯度高且反应清洁。

1. 一种二甲胺硼烷的制备方法, 其特征在于, 其包括以下步骤: 在溶剂中, 在磷酸二氢钾或磷酸存在下, 将二甲胺或其盐酸盐与含 $\text{BH}_4^-$ 离子的硼氢化物进行反应, 得到二甲胺硼烷即可; 所述的溶剂为水, 或水和有机溶剂的混合溶液。

2. 如权利要求1所述的二甲胺硼烷的制备方法, 其特征在于, 所述的有机溶剂为环醚类溶剂、卤代烃类溶剂和酯类溶剂中的一种或多种;

和/或, 所述的硼氢化物为硼氢化钠和/或硼氢化钾。

3. 如权利要求2所述的二甲胺硼烷的制备方法, 其特征在于: 当所述的有机溶剂为环醚类溶剂时, 所述的环醚类溶剂为四氢呋喃;

或, 当所述的有机溶剂为卤代烃类溶剂时, 所述的卤代烃类溶剂为二氯甲烷;

或, 当所述的有机溶剂为酯类溶剂时, 所述的酯类溶剂为乙酸乙酯;

和/或, 所述的硼氢化物为硼氢化钠。

4. 如权利要求1所述的二甲胺硼烷的制备方法, 其特征在于: 所述的混合溶液中, 水和有机溶剂的质量比 $\geq 5:1$ ;

和/或, 所述的二甲胺或其盐酸盐与所述的硼氢化物的摩尔比为 $1:1 \sim 2:1$ ;

和/或, 所述的二甲胺或其盐酸盐与所述的磷酸二氢钾或磷酸的摩尔比为 $2:1 \sim 5:1$ ;

和/或, 二甲胺或其盐酸盐在所述的溶剂中的浓度为 $10\text{mol/kg} \sim 12\text{mol/kg}$ ;

和/或, 所述的磷酸二氢钾或磷酸在所述的溶剂中的浓度为 $2\text{mol/kg} \sim 6\text{mol/kg}$ 。

5. 如权利要求4所述的二甲胺硼烷的制备方法, 其特征在于: 所述的混合溶液中, 水和有机溶剂的质量比为 $5:1 \sim 34:1$ ;

和/或, 所述的二甲胺或其盐酸盐与所述的硼氢化物的摩尔比为 $2:1$ ;

和/或, 所述的二甲胺或其盐酸盐与所述的磷酸二氢钾或磷酸的摩尔比为 $3.6:1$ ;

和/或, 所述的二甲胺或其盐酸盐在所述的溶剂中的浓度为 $10.2\text{mol/kg}$ 、 $11\text{mol/kg}$ 、 $11.4\text{mol/kg}$ 、 $11.5\text{mol/kg}$ 、 $11.6\text{mol/kg}$ 、 $11.7\text{mol/kg}$ 或 $12\text{mol/kg}$ ;

和/或, 所述的磷酸二氢钾或磷酸在所述的溶剂中的浓度为 $2.4\text{mol/kg}$ 、 $2.8\text{mol/kg}$ 、 $3.2\text{mol/kg}$ 、 $3.3\text{mol/kg}$ 或 $6\text{mol/kg}$ 。

6. 如权利要求1所述的二甲胺硼烷的制备方法, 其特征在于, 所述的混合溶液中, 水和有机溶剂的质量比为 $16:1 \sim 28:1$ 。

7. 如权利要求1所述的二甲胺硼烷的制备方法, 其特征在于, 所述的磷酸二氢钾或磷酸以磷酸二氢钾或磷酸的水溶液, 或磷酸二氢钾或磷酸的水和有机溶剂的溶液形式加入;

和/或, 所述的反应还包括后处理, 所述的后处理包括如下步骤: 过滤、萃取、浓缩有机相、冷却结晶得到二甲胺硼烷即可;

和/或, 所述的反应的原料为二甲胺或其盐酸盐、磷酸二氢钾或磷酸、所述的硼氢化物和所述的溶剂。

8. 如权利要求7所述的二甲胺硼烷的制备方法, 其特征在于, 当所述的磷酸二氢钾或磷酸以磷酸二氢钾的水溶液, 或磷酸二氢钾或磷酸的水和有机溶剂的溶液形式加入时, 所述的加入方式为滴加。

9. 如权利要求1-8中任一项所述的二甲胺硼烷的制备方法, 其特征在于, 其包括以下步骤: 向所述的水和所述的二甲胺或其盐酸盐中加入所述的硼氢化钠; 再加入磷酸二氢钾或磷酸水溶液, 或磷酸二氢钾或磷酸的水和有机溶剂的溶液, 进行所述的反应, 得到二甲胺硼

烷即可。

10. 如权利要求9所述的二甲胺硼烷的制备方法, 其特征在于, 加入所述的硼氢化钠的温度为 $-20^{\circ}\text{C} \sim -10^{\circ}\text{C}$ ; 和/或, 加入所述的磷酸二氢钾或磷酸水溶液, 或磷酸二氢钾或磷酸的水和有机溶剂的溶液的温度为 $-5^{\circ}\text{C} \sim 5^{\circ}\text{C}$ 。

## 一种二甲胺硼烷的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种二甲胺硼烷的制备方法。

### 背景技术

[0002] JPH 0597866A描述了一种二甲胺硼烷的制备方法,二甲胺盐酸盐溶于H<sub>2</sub>O含量为7-40wt%的THF-H<sub>2</sub>O混合液,冷却至5℃,分批加入1.2-1.4当量的硼氢化钠,10℃以下反应1.5-2h,室温反应1h,过滤,残渣以无水THF洗涤,混合滤液与洗涤液,减压浓缩,得粗品二甲胺硼烷,收率84-87%,纯度93.4-99.0%。

[0003] US 6060623 (1999年4月7日申请)描述了二甲胺硼烷的制备方法,将二甲胺盐酸盐悬浊在乙二醇二甲醚溶剂中,在不高于20℃的情况下滴加硼氢化钠的乙二醇二甲醚悬浊液,反应24h,蒸馏除去乙二醇二甲醚溶剂,氢氧化钠溶液洗涤除去杂质,冷却结晶,得DMAB (二甲胺硼烷)成品,收率85%,纯度99%。

[0004] US2004/0147781A1 (2003年1月24日申请)公开了一种使用硼氢化钾代替硼氢化钠制备二甲胺硼烷的方法,在加有四氢呋喃、氢氧化钠和硼氢化钾的反应器里,滴加二甲胺盐酸盐/水并控温在10℃以下,滴加完成后在低于15℃下反应10-14h,过滤,浓缩得残留物,水洗涤除去杂质,得到DMAB成品,收率85%,纯度99%。

[0005] CN 102718786 A (2012年6月21日申请)公开了二甲胺硼烷的制备方法,采用硼氢化钠或硼氢化钾与二甲胺盐酸盐在四氢呋喃溶剂中,在室温条件下搅拌反应4h,加入碱性溶液搅拌、静止,取上层溶液加入氢氧化钠,搅拌、静止,取上层溶液过滤,先常压再减压蒸馏,浓缩液中加入氢氧化钠溶液,搅拌、静止,取上层溶液在无溶剂状态下直接冷却结晶,得二甲胺硼烷固体;或者取上层溶液直接加水配成10%二甲胺硼烷水溶液。二甲胺硼烷固体收率90%,纯度99.5%。

[0006] JPH 0597866A所公开的反应,以H<sub>2</sub>O含量为7-40wt%的THF-H<sub>2</sub>O混合液为溶剂,以二甲胺盐酸盐为原料,后处理中很难将氯离子彻底清除。

[0007] US 6060623描述的方法反应时间长,使用溶剂乙二醇二甲醚价格较高,不宜工业化生产,且原料含有氯离子,后处理很难彻底清除干净。

[0008] US2004/0147781所公开的方法反应时间较长,产生大量废水,增加产品成本,不宜工业化生产,且原料含有氯离子,后处理很难彻底清除干净。

[0009] CN 102718786 A所公开的方法原料含有氯离子,后处理很难彻底清除干净。

[0010] 综上所述,常规二甲胺硼烷的制备方法大多以醚类溶剂或醚类溶剂和水的混合溶液为溶剂,JPH 0597866A中公开了当水含量大于50%时会对产率有明显的影响,且常规制备方法大多以二甲胺盐酸盐为原料,得到的二甲胺硼烷中大多含有少量氯离子,会影响二甲胺硼烷在电镀印刷电路板中的应用。

### 发明内容

[0011] 本发明要解决的技术问题是为了克服现有的制备方法制备得到二甲胺硼烷的产

率低且纯度低的问题,本发明提供了与现有技术不同的一种二甲胺硼烷的制备方法。本发明的制备方法条件温和、收率高、纯度高且反应清洁。

[0012] 本发明提供了一种二甲胺硼烷的制备方法,其包括以下步骤:在溶剂中,在磷酸二氢钾或磷酸存在下,将二甲胺或其盐酸盐与含 $\text{BH}_4^-$ 离子的硼氢化物进行反应,得到二甲胺硼烷即可;所述的溶剂为水,或水和有机溶剂的混合溶剂。

[0013] 在所述的制备方法中,所述的有机溶剂为本领域常规的有机溶剂,以不影响反应即可,优选为环醚类溶剂(例如四氢呋喃)、卤代烃类溶剂(例如二氯甲烷)和酯类溶剂(例如乙酸乙酯)中的一种或多种,优选为环醚类溶剂。

[0014] 在所述的制备方法中,所述的混合溶液中,水和有机溶剂的质量比可为该类反应中常规的质量比,本发明中优选为 $\geq 5:1$ (例如5.6:1、11.1:1、16.7:1、22:1、28:1或33.6:1),更优选为5:1~34:1(例如16:1~28:1)。

[0015] 在所述的制备方法中,所述的硼氢化物为一类含 $\text{BH}_4^-$ 离子的碱金属盐,例如硼氢化钠和/或硼氢化钾,优选硼氢化钠。

[0016] 在所述的制备方法中,所述的二甲胺或其盐酸盐与所述的硼氢化物的摩尔比可为本领域该类反应中常规的摩尔比,例如1:1~2:1(又例如1:1或2:1),优选为2:1。

[0017] 在所述的制备方法中,所述的二甲胺或其盐酸盐与所述的磷酸二氢钾或磷酸的摩尔比可为2:1~5:1(例如2:1、3.6:1或5:1),优选为3.6:1。

[0018] 在所述的制备方法中,所述的溶剂的用量为本领域该类反应的常规用量,以不影响反应即可,所述的二甲胺或其盐酸盐在所述的溶剂中的浓度可为本领域该类反应中常规的浓度,例如10mol/kg~12mol/kg(又例如10.2mol/kg、11mol/kg、11.4mol/kg、11.5mol/kg、11.6mol/kg、11.7mol/kg或12mol/kg)。

[0019] 在所述的制备方法中,所述的磷酸二氢钾或磷酸优选以磷酸二氢钾或磷酸的水溶液,或磷酸二氢钾或磷酸的水和所述的有机溶剂溶液形式加入;所述的加入方式优选为滴加;所述的磷酸二氢钾或磷酸的浓度以不影响反应即可,例如所述的磷酸二氢钾或磷酸在所述的溶剂中的浓度可为2mol/kg~6mol/kg,例如2.4mol/kg、2.8mol/kg、3.2mol/kg、3.3mol/kg或6mol/kg。

[0020] 在所述的制备方法中,反应的进程可以采用本领域中的常规监测方法(例如TLC、HPLC)进行监测。一般以反应体系无气体产生时作为反应终点。所述的反应时间优选为15h。

[0021] 在所述的制备方法还可包括后处理,所述的后处理可为该类反应常规的后处理,其包括如下步骤:所述的反应结束后,过滤、萃取、浓缩有机相、冷却结晶得到二甲胺硼烷即可。

[0022] 在某一方案中,所述的制备方法可包括以下步骤:向所述的水和所述的二甲胺或其盐酸盐中加入所述的硼氢化钠;再加入磷酸二氢钾或磷酸的水溶液,或磷酸二氢钾或磷酸的水和有机溶剂的溶液,进行如上所示的反应,得到二甲胺硼烷即可。

[0023] 上述制备方法中,所述的反应温度可为本领域该类反应的常规温度;例如加入所述硼氢化钠的温度优选为 $-20^\circ\text{C} \sim -10^\circ\text{C}$ ;和/或,加入所述的磷酸二氢钾或磷酸的水溶液,或磷酸二氢钾或磷酸的水和有机溶剂的溶液的温度优选为 $-5^\circ\text{C} \sim 5^\circ\text{C}$ 。

[0024] 在某一方案中,所述的反应的原料仅包括二甲胺或其盐酸盐、磷酸二氢钾或磷酸、所述的硼氢化物和所述的溶剂。

[0025] 在符合本领域常识的基础上,上述各优选条件,可任意组合,即得本发明各较佳实例。

[0026] 本发明所用试剂和原料均市售可得。

[0027] 本发明的积极进步效果在于:

[0028] 1) 本发明以水为主要溶剂,水含量高,得到了纯度高和产率高的二甲胺硼烷产品;

[0029] 2) 本发明使用的磷酸盐,具有反应温和、易于操作等优点;

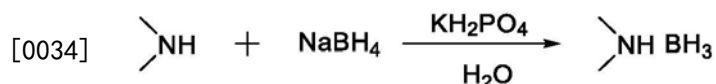
[0030] 3) 本发明所述中产生的副产物为磷酸盐混合物,所得废水易处理,更清洁,对环境污染小。

### 具体实施方式

[0031] 下面通过实施例的方式进一步说明本发明,但并不因此将本发明限制在所述的实施例范围之中。下列实施例中未注明具体条件的实验方法,按照常规方法和条件,或按照商品说明书选择。

[0032] 实施例1

[0033] 下面是二甲胺硼烷的制备工艺流程:



[0035] 1) 1000L反应釜内加入40%二甲胺水溶液625.0kg,降温至-20℃至-10℃,加入105.2kg硼氢化钠;500L反应釜内加入82.0kg饮用水和206.5kg磷酸二氢钾,搅拌溶解,降温至5℃左右转移至1000L反应釜滴加罐,滴加到上述硼氢化钠与二甲胺水溶液的混合物中,控制内温-5℃~5℃滴加反应10h,滴加完毕保温反应5h;

[0036] 2) 反应完毕,过滤除去无机盐等不溶物,水相依次用四氢呋喃500.0kg萃取两次,有机相35℃减压蒸馏得产品浓缩液;

[0037] 3) 在0~5℃条件下冷却结晶,氮气保护下离心得到DMAB成品138.1kg,收率:84.5%,纯度:≥99.0%。

[0038] 实施例2

[0039] 1) 1000L反应釜内加入40%二甲胺水溶液625.0kg,降温至-20℃至-10℃,加入105.2kg硼氢化钠;500L反应釜内加入82.0kg饮用水,20.5kg四氢呋喃和206.5kg磷酸二氢钾,搅拌溶解,降温至5℃左右转移至1000L反应釜滴加罐,滴加到上述硼氢化钠与二甲胺水溶液的混合物中,控制内温-5℃~5℃滴加反应10h,滴加完毕保温反应5h;

[0040] 2) 反应完毕,过滤除去无机盐等不溶物,水相依次用四氢呋喃500.0kg萃取两次,有机相35℃减压蒸馏得产品浓缩液;

[0041] 3) 在0~5℃条件下冷却结晶,氮气保护下离心得到DMAB成品135.6kg,收率为83.0%,纯度为99.3%。

[0042] 实施例3

[0043] 1) 1000L反应釜内加入40%二甲胺水溶液625.0kg,降温至-20℃至-10℃,加入105.2kg硼氢化钠;500L反应釜内加入82.0kg饮用水,27.3kg四氢呋喃和206.5kg磷酸二氢钾,搅拌溶解,降温至5℃左右转移至1000L反应釜滴加罐,滴加到上述硼氢化钠与二甲胺水溶液的混合物中,控制内温-5℃~5℃滴加反应10h,滴加完毕保温反应5h;

[0044] 2) 反应完毕,过滤除去无机盐等不溶物,水相依次用四氢呋喃500.0kg萃取两次,有机相35℃减压蒸馏得产品浓缩液;

[0045] 3) 在0~5℃条件下冷却结晶,氮气保护下离心得到DMAB成品133.9kg,收率为82.0%,纯度为98.9%。

[0046] 实施例4

[0047] 1) 1000L反应釜内加入40%二甲胺水溶液625.0kg,降温至-20℃至-10℃,加入105.2kg硼氢化钠;500L反应釜内加入82.0kg饮用水,16.4kg四氢呋喃和206.5kg磷酸二氢钾,搅拌溶解,降温至5℃左右转移至1000L反应釜滴加罐,滴加到上述硼氢化钠与二甲胺水溶液的混合物中,控制内温-5℃~5℃滴加反应10h,滴加完毕保温反应5h;

[0048] 2) 反应完毕,过滤除去无机盐等不溶物,水相依次用四氢呋喃500.0kg萃取两次,有机相35℃减压蒸馏得产品浓缩液;

[0049] 3) 在0~5℃条件下冷却结晶,氮气保护下离心得到DMAB成品133.1kg,收率为81.5%,纯度为99.0%。

[0050] 实施例5

[0051] 1) 1000L反应釜内加入40%二甲胺水溶液625.0kg,降温至-20℃至-10℃,加入105.2kg硼氢化钠;500L反应釜内加入82.0kg饮用水和148.6kg磷酸,搅拌溶解,降温至5℃左右转移至1000L反应釜滴加罐,滴加到上述硼氢化钠与二甲胺水溶液的混合物中,控制内温-5℃~5℃滴加反应10h,滴加完毕保温反应5h;

[0052] 2) 反应完毕,过滤除去无机盐等不溶物,水相依次用四氢呋喃500.0kg萃取两次,有机相35℃减压蒸馏得产品浓缩液;

[0053] 3) 在0~5℃条件下冷却结晶,氮气保护下离心得到DMAB成品135.6kg,收率为83.0%,纯度为99.3%。

[0054] 实施例6

[0055] 1) 1000L反应釜内加入40%二甲胺水溶液625.0kg,降温至-20℃至-10℃,加入105.2kg硼氢化钠;500L反应釜内加入82.0kg饮用水,16.4kg乙酸乙酯和206.5kg磷酸二氢钾,搅拌溶解,降温至5℃左右转移至1000L反应釜滴加罐,滴加到上述硼氢化钠与二甲胺水溶液的混合物中,控制内温-5℃~5℃滴加反应10h,滴加完毕保温反应5h;

[0056] 2) 反应完毕,过滤除去无机盐等不溶物,水相依次用四氢呋喃500.0kg萃取两次,有机相35℃减压蒸馏得产品浓缩液;

[0057] 3) 在0~5℃条件下冷却结晶,氮气保护下离心得到DMAB成品,收率为60%,纯度为98.0%。

[0058] 实施例7

[0059] 1) 1000L反应釜内加入40%二甲胺水溶液625.0kg,降温至-20℃至-10℃,加入105.2kg硼氢化钠;500L反应釜内加入82.0kg饮用水,16.4kg二氯甲烷和206.5kg磷酸二氢钾,搅拌溶解,降温至5℃左右转移至1000L反应釜滴加罐,滴加到上述硼氢化钠与二甲胺水溶液的混合物中,控制内温-5℃~5℃滴加反应10h,滴加完毕保温反应5h;

[0060] 2) 反应完毕,过滤除去无机盐等不溶物,水相依次用四氢呋喃500.0kg萃取两次,有机相35℃减压蒸馏得产品浓缩液;

[0061] 3) 在0~5℃条件下冷却结晶,氮气保护下离心得到DMAB成品,收率为62%,纯度为

97.0%。

[0062] 实施例8

[0063] 1) 1000L反应釜内加入40%二甲胺水溶液625.0kg,降温至-20℃至-10℃,加入105.2kg硼氢化钠;500L反应釜内加入82.0kg饮用水,82.0kg四氢呋喃和206.5kg磷酸二氢钾,搅拌溶解,降温至5℃左右转移至1000L反应釜滴加罐,滴加到上述硼氢化钠与二甲胺水溶液的混合物中,控制内温-5℃~5℃滴加反应10h,滴加完毕保温反应5h;

[0064] 2) 反应完毕,过滤除去无机盐等不溶物,水相依次用四氢呋喃500.0kg萃取两次,有机相35℃减压蒸馏得产品浓缩液;

[0065] 3) 在0~5℃条件下冷却结晶,氮气保护下离心得到DMAB成品,收率为70%,纯度为97.0%。

[0066] 实施例9

[0067] 1) 1000L反应釜内加入40%二甲胺水溶液625.0kg,降温至-20℃至-10℃,加入105.2kg硼氢化钠;500L反应釜内加入82.0kg饮用水,41.0kg四氢呋喃和206.5kg磷酸二氢钾,搅拌溶解,降温至5℃左右转移至1000L反应釜滴加罐,滴加到上述硼氢化钠与二甲胺水溶液的混合物中,控制内温-5℃~5℃滴加反应10h,滴加完毕保温反应5h;

[0068] 2) 反应完毕,过滤除去无机盐等不溶物,水相依次用四氢呋喃500.0kg萃取两次,有机相35℃减压蒸馏得产品浓缩液;

[0069] 3) 在0~5℃条件下冷却结晶,氮气保护下离心得到DMAB成品,收率为72%,纯度为97.0%。

[0070] 实施例10

[0071] 1) 1000L反应釜内加入40%二甲胺水溶液625.0kg,降温至-20℃至-10℃,加入105.2kg硼氢化钠;500L反应釜内加入82.0kg饮用水,13.6kg二氯甲烷和206.5kg磷酸二氢钾,搅拌溶解,降温至5℃左右转移至1000L反应釜滴加罐,滴加到上述硼氢化钠与二甲胺水溶液的混合物中,控制内温-5℃~5℃滴加反应10h,滴加完毕保温反应5h;

[0072] 2) 反应完毕,过滤除去无机盐等不溶物,水相依次用四氢呋喃500.0kg萃取两次,有机相35℃减压蒸馏得产品浓缩液;

[0073] 3) 在0~5℃条件下冷却结晶,氮气保护下离心得到DMAB成品,收率为70%,纯度为96.0%。

[0074] 实施例11

[0075] 1) 1000L反应釜内加入40%二甲胺水溶液625.0kg,降温至-20℃至-10℃,加入105.2kg硼氢化钠;500L反应釜内加入82.0kg饮用水和376.5kg磷酸二氢钾,搅拌溶解,降温至5℃左右转移至1000L反应釜滴加罐,滴加到上述硼氢化钠与二甲胺水溶液的混合物中,控制内温-5℃~5℃滴加反应10h,滴加完毕保温反应5h;

[0076] 2) 反应完毕,过滤除去无机盐等不溶物,水相依次用四氢呋喃500.0kg萃取两次,有机相35℃减压蒸馏得产品浓缩液;

[0077] 3) 在0~5℃条件下冷却结晶,氮气保护下离心得到DMAB成品,收率为70%,纯度为97.5%。

[0078] 实施例12

[0079] 1) 1000L反应釜内加入40%二甲胺水溶液625.0kg,降温至-20℃至-10℃,加入



105.2kg硼氢化钠;500L反应釜内加入82.0kg饮用水和151.5kg磷酸二氢钾,搅拌溶解,降温至5℃左右转移至1000L反应釜滴加罐,滴加到上述硼氢化钠与二甲胺水溶液的混合物中,控制内温-5℃~5℃滴加反应10h,滴加完毕保温反应5h;

[0080] 2) 反应完毕,过滤除去无机盐等不溶物,水相依次用四氢呋喃500.0kg萃取两次,有机相35℃减压蒸馏得产品浓缩液;

[0081] 3) 在0~5℃条件下冷却结晶,氮气保护下离心得到DMAB成品,收率为72%,纯度为97.0%。

[0082] 实施例13

[0083] 1) 1000L反应釜内加入二甲胺盐酸盐450.0kg和水375.0kg,降温至-20℃至-10℃,加入105.2kg硼氢化钠;500L反应釜内加入82.0kg饮用水和206.5kg磷酸二氢钾,搅拌溶解,降温至5℃左右转移至1000L反应釜滴加罐,滴加到上述硼氢化钠与二甲胺盐酸盐的混合物中,控制内温-5℃~5℃滴加反应10h,滴加完毕保温反应5h;

[0084] 2) 反应完毕,过滤除去无机盐等不溶物,水相依次用四氢呋喃500.0kg萃取两次,有机相35℃减压蒸馏得产品浓缩液;

[0085] 3) 在0~5℃条件下冷却结晶,氮气保护下离心得到DMAB成品,收率为72%,纯度为96.0%。

[0086] 实施例14

[0087] 1) 1000L反应釜内加入二甲胺盐酸盐450.0kg和水375.0kg,降温至-20℃至-10℃,加入210.0kg硼氢化钠;500L反应釜内加入82.0kg饮用水和206.5kg磷酸二氢钾,搅拌溶解,降温至5℃左右转移至1000L反应釜滴加罐,滴加到上述硼氢化钠与二甲胺盐酸盐的混合物中,控制内温-5℃~5℃滴加反应10h,滴加完毕保温反应5h;

[0088] 2) 反应完毕,过滤除去无机盐等不溶物,水相依次用四氢呋喃500.0kg萃取两次,有机相35℃减压蒸馏得产品浓缩液;

[0089] 3) 在0~5℃条件下冷却结晶,氮气保护下离心得到DMAB成品,收率为70%,纯度为95.5%。