



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 110387064 A

(43)申请公布日 2019.10.29

(21)申请号 201910628463.5

(22)申请日 2019.07.12

(71)申请人 西安工业大学

地址 710032 陕西省西安市未央区学府中路2号

(72)发明人 金洗郎 陈卫星 周宏伟 项瞻波  
项瞻峰 胡新利

(74)专利代理机构 西安新思维专利商标事务所  
有限公司 61114

代理人 黄秦芳

(51)Int.Cl.

C08K 5/3435(2006.01)

C07D 211/94(2006.01)

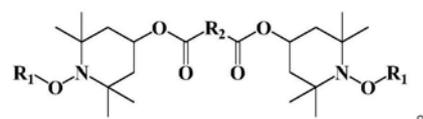
权利要求书1页 说明书4页

(54)发明名称

一种混合型低碱性受阻胺光稳定剂及其制备方法

(57)摘要

本发明公开了一种混合型低碱性受阻胺光稳定剂及其制备方法。其结构如下式所示,该结构通过引入市售尼龙酸二甲酯作为中间的连接链,采用烷氧化取代的哌啶胺作为作用基,得到一种含有双受阻哌啶基的光稳定剂,由于该光稳定剂结构受阻胺光稳定剂770结构相似,但价格只有其三分之一,在其相关领域具有更好的竞争力。本发明还公开了所述光稳定剂的制备方法:将烷氧化取代的哌啶醇、尼龙酸二甲酯、催化剂和溶剂混合,120℃下反应6h,冷却洗涤,蒸除溶剂,重结晶即可得到产物。采用本工艺合成的光稳定剂具有收率高、纯度好、色泽好,便于操作实施,适合于工业化生产;



CN 110387064 A



## 一种混合型低碱性受阻胺光稳定剂及其制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及光稳定剂技术领域,特别涉及一种混合型低碱性受阻胺光稳定剂及其制备方法。

### 背景技术

[0002] 受阻胺类光稳定剂(HALS)由于其优越的性能,已成为合成材料助剂中光稳定剂消费市场的主流产品,在世界光稳定剂市场消费结构中占据主导地位。随着光稳定剂的基础研究和应用研究的不断深入,HALS的应用范围不断扩大,涵盖农膜、工程塑料、纤维、高分子涂料、人造地毯以及户外各种塑料制品等众多领域中。

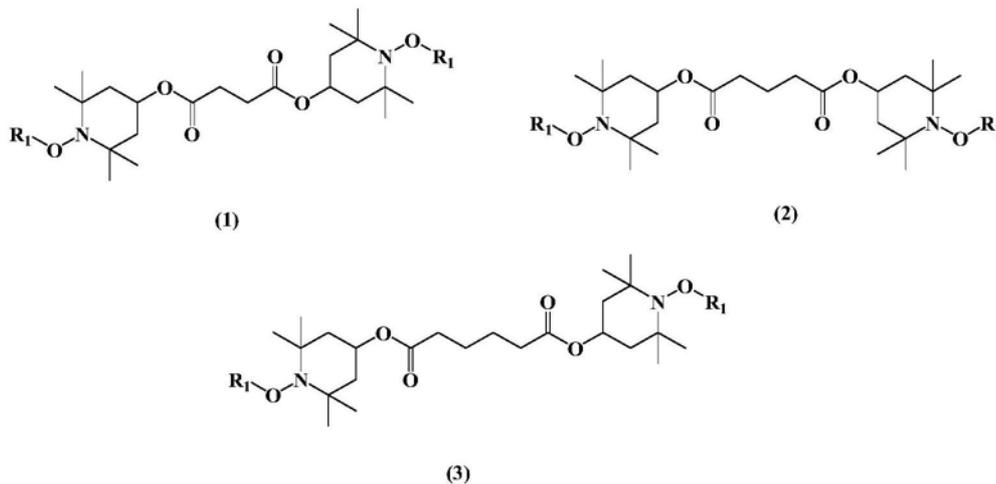
[0003] 目前,常见的受阻胺光稳定剂产品主要为Tinuvin 770、Chimassorb 944、Tinuvin 119、Tinuvin 622、Tinuvin 123等。相较于普通的受阻胺易在含有卤素的高分子材料中游离出来的酸性物质作用下失活。1-烷氧基受阻胺由于分子的低碱性,因此,有效避免了酸性物质导致的失活。通常的烷氧化产品是对Tinuvin 770进行正辛基的烷氧化取代,得到产品Tinuvin 123。但是,该产品由于母体结构中的连接链主要为癸二酸二甲酯或癸二酸,其价格相对较高,以至于Tinuvin 770和Tinuvin 123价格偏高。

[0004] 虽然在终端应用市场,光稳定剂的添加量仅为总量的千分之三,但是,动辄十几万一吨的光稳定剂,对于农膜、塑料等制品来说,仍然存在价格昂贵的经济问题。

### 发明内容

[0005] 本发明为解决现有技术中受阻胺光稳定剂价格昂贵的缺陷,提供一种混合型低碱性受阻胺光稳定剂。本发明另一个目的是提供上述光稳定剂的制备方法,其操作简便,制备得到产品收率高。

[0006] 为解决现有技术存在的问题,本发明的技术方案是:一种混合型低碱性受阻胺光稳定剂,所述的光稳定剂由三种化合物混合而成,其特征在于:该稳定剂的结构式为:



[0007]

[0008] 式中R<sub>1</sub>为C<sub>1</sub>-C<sub>18</sub>的直链烷烃、C<sub>5</sub>-C<sub>7</sub>环烷烃。

[0009] 一种混合型低碱性受阻胺光稳定剂的制备方法,其特征在于:包括如下步骤:

[0010] 步骤1):向四口瓶中加入四甲基哌啶醇衍生物、尼龙酸二甲酯、催化剂和溶剂混合;

[0011] 所述的四甲基哌啶醇衍生物:尼龙酸二甲酯摩尔投料比为2:1.05~1.1,两者占总投料量35~50%,催化剂用量占总投料量的0.5~1.0%;

[0012] 步骤2):加热升温至110~130℃,不断蒸出反应生成的甲醇,4~8h后反应结束;

[0013] 步骤3):冷却至室温,加水洗2~3次,收集有机相,减压蒸除溶剂;

[0014] 步骤4):加入溶剂重结晶,经过滤、离心、洗涤操作,得白色淡粉色粉末,即为最终产物。

[0015] 所述步骤1)中的催化剂为甲磺酸、对甲苯磺酸、二水氯化锡、对二苯基二氯化锡、钛酸异丙酯、钛酸异丁酯中的任意一种。

[0016] 所述步骤1)中溶剂为甲苯、二甲苯、石油醚60~90中的任意一种。

[0017] 所述步骤4)中溶剂为乙醇和水混合体。

[0018] 与现有技术相比,本发明的优点如下:

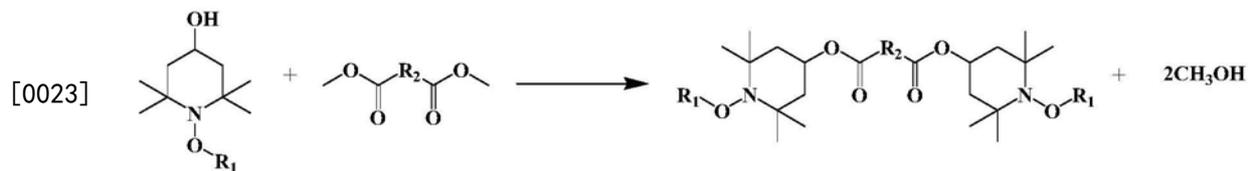
[0019] 1、本发明结构通过引入尼龙酸二甲酯(丁二酸二甲酯、戊二酸二甲酯、己二酸二甲酯混合物)作为中间的连接链,采用烷氧化取代的哌啶胺作为作用基,得到一种混合型含有双受阻哌啶基的光稳定剂,由于该光稳定剂的连接链,采用廉价的尼龙酸二甲酯代替癸二酸二甲酯,因此,导致最终成本大幅降低。

[0020] 2、本发明光稳定剂与Tinuvin 770和Tinuvin 123具有类似结构,应用性质类似,但是价格只有三分之一,因此,可促进该产品在相关领域的大规模工业化使用。

[0021] 3、本发明制备方法合成的光稳定剂收率高、纯度好、色泽好,便于操作实施。

### 具体实施方式

[0022] 一种混合型低碱性受阻胺光稳定剂的反应方程式为:



[0024] 式中R<sub>1</sub>为C<sub>1</sub>-C<sub>18</sub>的直链烷烃、C<sub>5</sub>-C<sub>7</sub>环烷烃,R<sub>2</sub>为C<sub>2</sub>-C<sub>4</sub>的混合物。

[0025] 上述光稳定剂的制备方法的步骤为:

[0026] 步骤1):向四口瓶中加入四甲基哌啶醇衍生物、尼龙酸二甲酯、催化剂和溶剂混合;

[0027] 四甲基哌啶醇衍生物:尼龙酸二甲酯投料比为2:1.05~1.1;两者占总投料量35~50%;

[0028] 所述催化剂为甲磺酸、对甲苯磺酸、二水氯化锡、对二苯基二氯化锡、钛酸异丙酯、钛酸异丁酯中的任意一种,用量占总投料量的0.5~1.0%;

[0029] 所述溶剂为甲苯、二甲苯、石油醚60~90中的任意一种;

[0030] 步骤2):加热升温至110~130℃左右,不断蒸出反应生成的甲醇,4~8h后反应结束;

[0031] 步骤3):冷却至室温,加水洗2~3次,收集有机相,减压蒸除溶剂;

[0032] 步骤4):加入溶剂重结晶,经过滤、离心、洗涤操作,得白色淡粉色粉末,即为最终

产物。所说的溶剂是乙醇和水混合体系。

[0033] 为了使本发明的目的、技术方案及优点更加清楚明白,以下结合实施例,对本发明进行进一步详细说明。应当理解,此处所描述的具体实施例仅仅用以解释本发明,并不用于限定本发明。

#### [0034] 实施例1

[0035] 向带有蒸馏头、搅拌器、温度计的四口瓶中,加入430.3g (2mol) 的1-正丙氧基-2,2,6,6,-四甲基-哌啶醇、176.2g (1.1mol) 的尼龙酸二甲酯、12g钛酸异丙酯和800g二甲苯,升温至120℃反应5h,期间不断蒸出甲醇,反应完毕后,降至室温,加200mL水洗涤两次,收集有机相干燥,减压蒸出溶剂,加入400mL乙醇:水=2:1混合溶液重结晶,过滤、离心、洗涤后,得到浅黄色固体双(1-正丙基-2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基) 尼龙酸酯478.5g,收率为90.90%,液相色谱检测纯度99.12%。

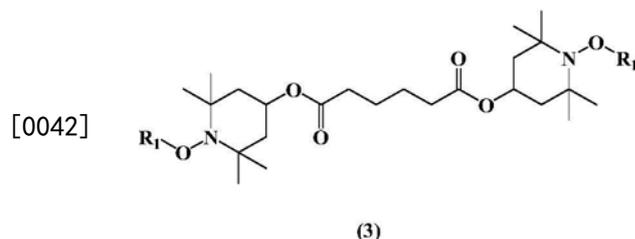
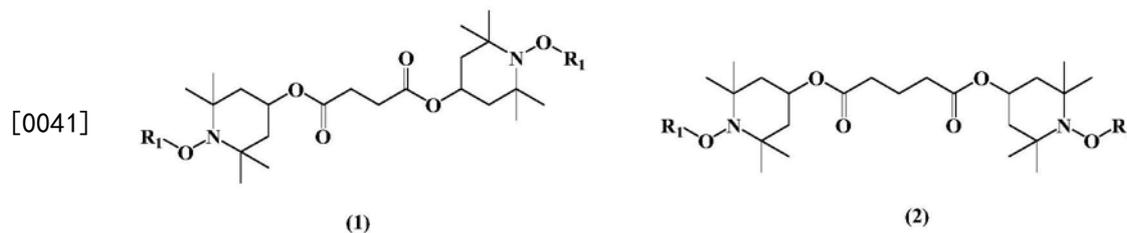
#### [0036] 实施例2

[0037] 向带有蒸馏头、搅拌器、温度计的四口瓶中,506.4g (2mol) 的1-环己基-2,2,6,6,-四甲基-哌啶醇、176.2g (1.1mol) 的尼龙酸二甲酯、13g对甲苯磺酸和800g甲苯,升温至120℃反应8h,期间不断蒸出甲醇,反应完毕后,降至室温,加200mL水洗涤两次,收集有机相干燥,减压蒸出溶剂,加入400mL乙醇:水=2:1混合溶液重结晶,过滤、离心、洗涤后,得到浅黄色固体双(1-环己氧基-2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基) 尼龙酸酯505.5g,收率为83.35%,液相色谱检测纯度99.82%。

#### [0038] 实施例3

[0039] 向带有蒸馏头、搅拌器、温度计的四口瓶中,514.5g (2mol) 的1-正己基-2,2,6,6,-四甲基-哌啶醇、176.2g (1.1mol) 的尼龙酸二甲酯、12g二水氯化锡和800g石油醚60-90,升温至110℃反应6h,期间不断蒸出甲醇,反应完毕后,降至室温,加200mL水洗涤三次,收集有机相干燥,减压蒸出溶剂,加入400mL乙醇:水=2:1混合溶液重结晶,过滤、离心、洗涤后,得到白色淡粉色固体双(1-正己氧基-2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基) 尼龙酸酯544.3g,收率为89.16%,液相色谱检测纯度99.53%。

[0040] 上述实施例制得的混合型低碱性受阻胺光稳定剂由三种化合物混合而成,该稳定剂的结构式为:



[0043] 式中R<sub>1</sub>为C<sub>1</sub>-C<sub>18</sub>的直链烷烃、C<sub>5</sub>-C<sub>7</sub>环烷烃。

[0044] 以上所述,仅为本发明的较佳实施例而已,并非用于限定本发明的保护范围,本发明的保护范围应以权利要求记载的技术方案,包括权利要求记载的技术方案中技术特征的等同替换方案为保护范围,即在此范围内的等同替换改进,也在本发明的保护范围之内。