



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101712772 B

(45) 授权公告日 2012.02.15

(21) 申请号 200910036229.X

审查员 刘庆

(22) 申请日 2009.10.10

(73) 专利权人 南通惠康国际企业有限公司

地址 226009 江苏省南通市经济技术开发区
民兴路 9 号

(72) 发明人 孙冬兵 王树清 夏明 姚淑玉
杜承贤 祁云

(74) 专利代理机构 南京众联专利代理有限公司
32206

代理人 顾伯兴

(51) Int. Cl.

C07D 211/46 (2006.01)

(56) 对比文件

US 4419472, 1983.12.06, 第 8 栏实施例 1.

CN 101544595 A, 2009.09.30, 权利要求 3.

CN 1167805 A, 1997.12.17, 说明书第 25 页
实施例 2.

权利要求书 1 页 说明书 3 页

(54) 发明名称

一种光稳定剂及其生产方法

(57) 摘要

本发明公开了一种光稳定剂及其生产方法,是以二甲苯、癸二酸二甲酯、1,2,2,6,6-五甲基-4-羟基哌啶为原料,在催化剂存在的条件下反应制得光稳定剂。本发明用二甲苯、癸二酸二甲酯、1,2,2,6,6-五甲基-4-羟基哌啶为原料合成光稳定剂,采用二丁基氧化锡催化剂,简化了分离提纯过程,反应时间短,产品收率高,使产品的收率达到 96% 以上,能耗减少,环境污染小,成本低,是实现工业化生产的较理想的工艺。

1. 一种光稳定剂-292的生产方法,其特征是:以癸二酸二甲酯、1,2,2,6,6-五甲基-4-羟基哌啶为原料,在催化剂存在的条件下反应,所述催化剂是二丁基氧化锡,反应结束后,进行过滤、水洗,分出有机层;在分出有机层后的溶液中除水、脱色,得到的有机层进行脱溶剂,即得光稳定剂-292,所述光稳定剂-292是由双(1,2,2,6,6-五甲基哌啶醇)癸二酸酯与单(1,2,2,6,6-五甲基哌啶醇)癸二酸甲酯构成的混合物,其中双(1,2,2,6,6-五甲基哌啶醇)癸二酸酯的质量含量为65-90%,单(1,2,2,6,6-五甲基哌啶醇)癸二酸甲酯的质量含量为10-35%,所述癸二酸二甲酯、二甲苯、1,2,2,6,6-五甲基-4-羟基哌啶、催化剂的用量比例按质量计为:癸二酸二甲酯:二甲苯:1,2,2,6,6-五甲基-4-羟基哌啶:催化剂=1:1.3~2.6:1.0~1.7:0.01~0.1。

2. 根据权利要求1所述的一种光稳定剂-292的生产方法,其特征是:所述反应的温度为110~130℃、反应时间为2.5h。

一种光稳定剂及其生产方法

技术领域：

[0001] 本发明涉及一种光稳定剂-292 及其生产方法。

[0002] 背景技术：

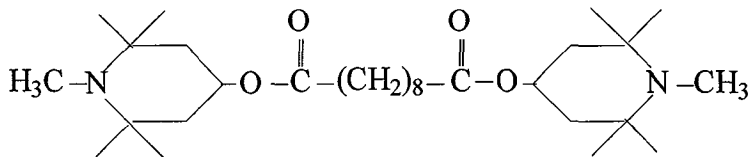
[0003] 光稳定剂-292 为新型受阻胺类光稳定剂,可延长各式塑胶及涂料在户外照射的使用时间。在使用、加工过程中,不会与高分子产生气味,也不会影响材质原有的色彩。高温加工时产品不易挥发。与大多数工业溶剂相容性良好,具有优越的高分子相溶性,为了防止紫外光的破坏作用,用光稳定剂来解决阳光暴露下的降解问题。对大多数易光致降解的聚合物来说,受阻胺类光稳定剂是一种高效的稳定剂。它们本身并不吸收紫外光而是起到限制聚合物降解的作用,在较低的浓度下就能起到显著的稳定作用。受阻胺类光稳定剂是高效长寿的,它的稳定过程是一个循环再生的而不仅仅是消耗的。由于光稳定剂的再生特点和典型性的低分子量的稳定剂特点,使得受阻胺类稳定剂能够具有相当长时间的热和光稳定性,可用于涂料、汽车用烤漆等,其光稳定效果优良。

[0004] 其化学名称为:双(1,2,2,6,6-五甲基哌啶醇)癸二酸酯与单(1,2,2,6,6-五甲基哌啶醇)癸二酸甲酯构成的混合物,其中双(1,2,2,6,6-五甲基哌啶醇)癸二酸酯的质量含量为 65-90%,单(1,2,2,6,6-五甲基哌啶醇)癸二酸甲酯的质量含量为 10-35% ;

[0005] 分子结构式：

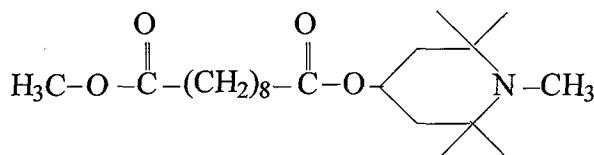
[0006] 双酯：

[0007]



[0008] 单酯：

[0009]



[0010] 理化性质:外观为无色或浅黄色粘稠液体,沸点 220-222℃ (26.6Pa)。目前,光稳定剂的合成方法是由癸二酸二甲酯与 1,2,2,6,6-五甲基-4-羟基哌啶为原料,以四异丙基钛酸酯为催化剂进行酯交换反应,虽然产品的收率较高,但由于该催化剂在后处理过程中产生的污水量多,对环境污染大在,不适合工业化生产。据文献报导,采用 Lewis 酸、碱等为催化剂进行酯交换反应,催化剂易腐蚀设备,后处理产生的污染大,产品质量差。采用固体酸催化剂催化酯交换反应,虽然产物与催化剂易分离,对设备的腐蚀性小,催化剂可回收利用,但选择性和活性低。

发明内容：

[0011] 本发明的目的在于提供一种产品收率高的光稳定剂及其生产方法。

[0012] 本发明的技术解决方案是：

[0013] 一种光稳定剂及其生产方法，其特征是：是以二甲苯、癸二酸二甲酯与 1,2,2,6,6-五甲基-4-羟基哌啶为原料，在催化剂存在的条件下反应制得光稳定剂；所述光稳定剂是由双(1,2,2,6,6-五甲基哌啶醇)癸二酸酯与单(1,2,2,6,6-五甲基哌啶醇)癸二酸甲酯构成的混合物，其中双(1,2,2,6,6-五甲基哌啶醇)癸二酸酯的质量含量为 65-90%，单(1,2,2,6,6-五甲基哌啶醇)癸二酸甲酯的质量含量为 10-35%；所述催化剂是二丁基氧化锡。

[0014] 癸二酸二甲酯、二甲苯、1,2,2,6,6-五甲基-4-羟基哌啶、催化剂的用量比例按质量计为：癸二酸二甲酯：二甲苯：1,2,2,6,6-五甲基-4-羟基哌啶：催化剂=1：1.3～2.6：1.0～1.7：0.01～0.1。

[0015] 以二甲苯、癸二酸二甲酯、1,2,2,6,6-五甲基-4-羟基哌啶为原料，在催化剂存在的条件下反应，反应结束后，进行过滤、水洗，分出有机层；在分出有机层后的溶液中除水、脱色，得到的有机层进行脱溶剂，即得光稳定剂。所述反应的温度为 110～130℃、反应时间为 2.5h。

[0016] 本发明用二甲苯、癸二酸二甲酯、1,2,2,6,6-五甲基-4-羟基哌啶为原料合成光稳定剂，采用二丁基氧化锡催化剂，简化了分离提纯过程，反应时间短，产品收率高，使产品的收率达到 96% 以上，能耗减少，环境污染小，成本低，是实现工业化生产的较理想的工艺。

[0017] 下面结合实施例对本发明作进一步说明：

具体实施方式：

[0018] 实施例 1：

[0019] 在装有温度计的 250mL 的四口烧瓶中，加入二甲苯 40g，癸二酸二甲酯 23.0g(0.1mol)，1,2,2,6,6-五甲基-4-羟基哌啶 28.26g(0.165mol)，催化剂 1g，该催化剂是二丁基氧化锡，装上冷凝管，开动搅拌器，升温至 110-130℃时，反应过程中不断蒸出生成的甲醇，反应时间 2.5h(用液相色谱监测反应)。反应结束后，进行过滤、水洗，收集有机相，有机相进行除水、脱色、脱溶剂即得光稳定剂，产品收率为 96.31%。

[0020] 实施例 2：

[0021] 在装有温度计的 250mL 的四口烧瓶中，加入二甲苯 40g，癸二酸二甲酯 23.0g(0.1mol)，1,2,2,6,6-五甲基-4-羟基哌啶 28.26g(0.165mol)，催化剂 1.2g，该催化剂是二丁基氧化锡，装上冷凝管，开动搅拌器，升温至 110-130℃时，反应过程中不断蒸出生成的甲醇，反应时间 2.5h(用液相色谱监测反应)。反应结束后，进行过滤、水洗，收集有机相，有机相进行除水、脱色、脱溶剂即得光稳定剂，产品收率为 96.67%。

[0022] 实施例 3：

[0023] 在装有温度计的 250mL 的四口烧瓶中，加入二甲苯 40g，癸二酸二甲酯 23.0g(0.1mol)，1,2,2,6,6-五甲基-4-羟基哌啶 29.12g(0.17mol)，催化剂 1.0g，该催化剂是二丁基氧化锡，装上冷凝管，开动搅拌器，升温至 110-130℃时，反应过程中不断蒸出生成的甲醇，反应时间 2.5h(用液相色谱监测反应)。反应结束后，进行过滤、水洗，收集有机相，有机相进行除水、脱色、脱溶剂即得光稳定剂，产品收率为 96.84%。

[0024] 实施例 4：

[0025] 在装有温度计的 250mL 的四口烧瓶中，加入二甲苯 40g，癸二酸二甲酯 23.0g (0.1mol)，2,2,6,6-四甲基-4-羟基哌啶 26.55g (0.155mol)，催化剂 1.0g，该催化剂是二丁基氧化锡，装上冷凝管，开动搅拌器，升温至 110-130℃时，反应过程中不断蒸出生成的甲醇，反应时间 2.5h (用液相色谱监测反应)。反应结束后，进行过滤、水洗，收集有机相，有机相进行除水、脱色、脱溶剂即得光稳定剂，产品收率为 95.64%。

[0026] 实施例 5：

[0027] 在装有温度计的 250mL 的四口烧瓶中，加入二甲苯 40g，癸二酸二甲酯 23.0g (0.1mol)，2,2,6,6-四甲基-4-羟基哌啶 29.98g (0.185mol)，催化剂 1.0g，该催化剂是二丁基氧化锡，装上冷凝管，开动搅拌器，升温至 110-130℃时，反应过程中不断蒸出生成的甲醇，反应时间 2.5h (用液相色谱监测反应)。反应结束后，进行过滤、水洗，收集有机相，有机相进行除水、脱色、脱溶剂即得光稳定剂，产品收率为 97.18%。