



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 107573274 B

(45)授权公告日 2020.06.05

(21)申请号 201710754062.5

DE 4040996 A1,1992.06.25,

(22)申请日 2017.08.29

CN 1324907 A,2001.12.05,

(65)同一申请的已公布的文献号

Z. Y. Wang.SYNTHESSES OF SOME N-

申请公布号 CN 107573274 A

ALKYLMALEIMIDES.《SYNTHETIC

(43)申请公布日 2018.01.12

COMMUNICATIONS》.1990,第20卷(第11期),第1608-1610页.

(73)专利权人 蔚林新材料科技股份有限公司

Gaina, Viorica等.Dehydrochlorination of α -chlorosuccinimides, a new method for synthesis of high-purity maleimides.

地址 457000 河南省濮阳市化工产业集聚区

《Materiale Plastice (Bucharest,

(72)发明人 张振飞 宋凤朝 陶险峰 李宏喜
王志强 郭同新 屈军伟 葛同伟

Romania)》.2004,第41卷(第3期),169-172.

(74)专利代理机构 郑州大通专利商标代理有限公司 41111

Gaina, Constantin等. α -

代理人 李秋红

Chlorosuccinimides, a new source for maleimides and succinimides.《Revue

(51)Int.Cl.

Roumaine de Chimie》.2005,第50卷(第7-8期),第656-658页.

C07D 207/448(2006.01)

审查员 刘健颖

(56)对比文件

DE 4040995 A1,1992.06.25,

权利要求书2页 说明书7页 附图3页

(54)发明名称

一种耐热改性剂N-叔丁基马来酰亚胺的制备方法

(57)摘要

本发明公开了一种耐热改性剂N-叔丁基马来酰亚胺的制备方法。首先将丙酮和顺丁烯二酸酐加入反应容器中搅拌溶解;然后滴加叔丁胺和丙酮的混合液,加热反应得到N-叔丁基马来酰胺酸;将所得反应液升温加入阻聚剂和氯化亚砷溶液进行反应;反应后将所得反应液升温缓慢滴加N,N-二甲基苯胺,滴加后保温反应;反应后向所得反应产物中分别加入温水进行三次分液;对分液后所得液体进行加热浓缩、回收溶剂丙酮,收集馏分即为产品N-叔丁基马来酰亚胺。本发明反应操作方便,所用原料简单易得,产品质量稳定,易于工业化生产。利用本发明制备目的产品,综合成本大幅下降,并且避免了大量废液产生。因此,本发明具有显著的经济效益和社会效益。

1. 一种耐热改性剂N-叔丁基马来酰亚胺的制备方法,其特征在于,所述制备方法包括以下步骤:

a、首先将溶剂丙酮和顺丁烯二酸酐加入反应容器中进行搅拌溶解;溶解后滴加叔丁胺和丙酮的混合液;滴加结束后控制温度为20~50℃,在此温度条件下反应1.0~2.0h;反应结束后,得到N-叔丁基马来酰胺酸;

所述顺丁烯二酸酐与叔丁胺二者之间的摩尔比为1.0~1.1:1;所述顺丁烯二酸酐的质量与溶剂丙酮的体积之间的比例为1:2~5;所述叔丁胺和溶剂丙酮之间的质量体积比为1~2:1;

所述滴加叔丁胺和丙酮的混合液过程中温度控制为20~30℃,滴加时间为0.5~1.0h;

b、将步骤a得到的N-叔丁基马来酰胺酸升温至40~50℃,然后加入阻聚剂,并滴加氯化亚砷溶液;滴加完毕后控制反应温度为40~45℃,在此温度条件下保温反应1.0~2.0h;

所述N-叔丁基马来酰胺酸与氯化亚砷二者的质量比为1.2~1.5:1,所述阻聚剂与N-叔丁基马来酰胺酸的质量比为0.01~0.03:1;

所述阻聚剂为苯酚、对苯二酚、间苯二酚和2,6-二叔丁基苯酚中的任一种;

c、步骤b反应结束后,将所得反应液升温至50~55℃,然后缓慢滴加N,N-二甲基苯胺;滴加完毕后,在此温度下保温反应3.0~5.0h;

所述N-叔丁基马来酰胺酸与N,N-二甲基苯胺二者的质量比为1.2~1.4:1;

d、步骤c反应结束后,向所得反应产物中加入20~30℃的温水搅拌,所述温水和N-叔丁基马来酰胺酸二者之间的质量比为1.5~2.0:1,搅拌后进行静置,静置后进行第一次分液;

第一次分液后再次加入20~30℃的溶解有碳酸氢钠的温水进行搅拌,所述温水和N-叔丁基马来酰胺酸的质量比为1.0~2.0:1,所述碳酸氢钠和N-叔丁基马来酰胺酸的质量比为0.02~0.04:1;搅拌后进行静置,静置后进行第二次分液;

最后加入20~30℃的温水进行搅拌,所述温水和N-叔丁基马来酰胺酸二者之间的质量比为2.0~3.0:1,搅拌后静置,静置后进行最后分液;

对分液后所得液体进行加热浓缩、回收溶剂丙酮,收集沸程100~140℃/0.08MPa的馏分为产品,即得到产品N-叔丁基马来酰亚胺。

2. 根据权利要求1所述的耐热改性剂N-叔丁基马来酰亚胺的制备方法,其特征在于:步骤a中搅拌溶解时间为10~30min。

3. 根据权利要求1所述的耐热改性剂N-叔丁基马来酰亚胺的制备方法,其特征在于:步骤b中所述氯化亚砷溶液的质量百分浓度99.0%~99.5%;滴加氯化亚砷溶液的时间为1.0~1.5h。

4. 根据权利要求1所述的耐热改性剂N-叔丁基马来酰亚胺的制备方法,其特征在于:步骤c中滴加N,N-二甲基苯胺的时间为30~60min。

5. 根据权利要求1所述的耐热改性剂N-叔丁基马来酰亚胺的制备方法,其特征在于:步骤d第一次分液过程中,加入温水后搅拌时间为10~30min;搅拌后静置时间为10~20min。

6. 根据权利要求1所述的耐热改性剂N-叔丁基马来酰亚胺的制备方法,其特征在于:步骤d第二次分液过程中,加入温水后进行搅拌的时间为10~30min;所述静置时间为10~20min。

7. 根据权利要求1所述的耐热改性剂N-叔丁基马来酰亚胺的制备方法,其特征在于:步

骤d最后分液过程中,加入温水后搅拌时间为10~30min;搅拌后静置时间为10~20min。

一种耐热改性剂N-叔丁基马来酰亚胺的制备方法

一、技术领域：

[0001] 本发明涉及一种耐热改性剂的制备方法，具体涉及一种耐热改性剂N-叔丁基马来酰亚胺的制备方法。

二、背景技术：

[0002] N-取代马来酰亚胺(RMI)是近年来开发的一种新型树脂改性单体，该产品具有与各种含氯树脂相容性好、无毒、热稳定性好等优点，多种RMI可以和乙烯基单体共聚合，明显提高相应共聚物的热性能。这类化合物的分子链上具有 α, β -不饱和酰亚胺环状结构，能有效地限制分子链的旋转，其聚合物耐热性能高，同时能够防水、防火、耐辐射，是一类新型的高分子耐热改性剂，被广泛应用于航空工业和电气工业上。与其他耐热改性剂相比，马来酰亚胺型高分子耐热改性剂具有提高耐热程度，与各种热塑性树脂相容性好、无毒，以及热稳定性好等优点，八十年代中期以来已成为一个研究热点。目前，研究N-取代基马来酰亚胺主要集中在N-直链烷烃、环己基、苯基、杂环取代的马来酰亚胺等方面，例如：已报道的有N-苯基马来酰亚胺、N-环己基马来酰亚胺、N-三溴苯基马来酰亚胺、N-(4-羟基苯基)马来酰亚胺、N-(4-烯丙氧基苯基)马来酰亚胺、N-甘氨酸基马来酰亚胺等。但对于含支链的烷烃的马来酰亚胺很少报道。

[0003] N-叔丁基马来酰亚胺(TBMI)主要应用于高分子材料中作为耐热改性剂，在橡胶工业中作为硫化交联剂，在染料、石油化工、农业化学中也有重要的应用。目前，我国对于N-取代马来酰亚胺的研究还很不成熟，主要是产品收率低、纯度低、产品色泽性不好。

[0004] 现有制备N-取代马来酰亚胺的方法主要有一步法和两步法。1958年在美国专利中首先提出一步法。该方法是在有机溶剂甲苯(反应温度90℃)和二甲苯(反应温度170~180℃)中进行马来酸酐的胺化反应及闭环反应，反应时间为数小时。在这种条件下反应合成的RMI，产品收率极低，只有5~8%。因此，该法没有应用价值。如何控制树脂的生成，以提高目的产物的收率，是合成N-取代马来酰亚胺的关键问题。从六十年代开始，该系列产品的制造工艺不断在改进，对N-取代马来酰亚胺的合成研究也由一步法转向二步法。1962年美国杜邦公司申请专利，用低脂肪碳酰胺(如二甲基甲酰胺、二甲基亚砷)作溶剂以减少反应物的自聚；闭环反应时，用醋酸酐作脱水剂；反应完毕后，产物冷却，用水沉析出产品，并水洗、干燥，收率为60%，缺点是溶剂量大(每份产品要用3~4份二甲基甲酰胺)，有毒，昂贵，不易回收，造成经济问题和污染问题。1979年杜邦公司在此合成方法的基础上又改进了溶剂体系，以低毒、价格便宜的丙酮作溶剂，反应中加入一种叔胺(三甲胺或三乙胺)，以醋酸酐作脱水剂，氯化镁作催化剂，可使收率达85%，但加入叔胺量较大，而且产品质量较差。美国的Eastman Kodak公司则采用乙酸与三甲胺的混合物作溶剂，闭环反应时，用醋酸酐作脱水剂，收率在80~85%之间。Cava M P, Deana A A, Muth K等研究了以乙酐作脱水剂，乙酸钠作催化剂的反应体系，在较低温度下进行脱水死循环反应，反应结束后生成物用水作沉淀剂，后处理十分简单；收率可达到60%~80%。近年日本三井油化公司、触媒化学公司、日东化学公司分别发表共沸法合成RMI的专利。它们的基本制法是：使用一种或两种惰性有机溶剂

(甲苯类、DMF、氯烷类、四氢呋喃类等)、一种酸催化剂(如:磷酸、浓硫酸、对甲苯磺酸、五氧化二磷等)在溶剂的沸点下进行酰亚胺化反应。生成的水通过分水器不断从反应体系中分离除去。反应结束后,对反应液进行真空蒸馏,在1.6KPa收集162℃的馏分。此法仍然存在副产物和共聚现象等问题,通过不断深化研究可望得到解决。

[0005] 日本专利JP1991-11060中提到,先在二氯甲烷中制得中间体酰胺酸,再在冰浴冷却下滴加乙二酰氯/DMF、反应8h,蒸出二氯甲烷和剩余的乙二酰氯,得到2-氯代-N-苯基琥珀酰亚胺;再加入二氯甲烷和催化剂三乙胺,脱水闭环得到 RMI,收率只有63.5%。JP1992-108772中报道现在甲苯中制得中间体酰胺酸,再加入DMF,用光气鼓泡、45~50℃下反应4h,得到2-氯代-N-苯基琥珀酰亚胺;分出上层的甲苯层,再往其中滴加N,N-二甲基苯甲胺,接着在50~70℃反应1h,得到收率为97.3%的RMI。JP1992-290868中报道先在酸催化下将马来酰胺酸和醇进行酯化合成出马来酰胺酸的单酯,再在酸催化剂下使单酯进行环合,收率为87.9%。这些方法原料昂贵且有毒,步骤繁琐,工业化价值不大。

[0006] 所以,研究开发一种工艺简单、低毒易回收溶剂、产品收率高、纯度高的 N-叔丁基马来酰亚胺的制备方法是具有重大意义的。

三、发明内容:

[0007] 本发明要解决的技术问题是:根据目前合成N-取代基马来酰亚胺技术中存在的问题,本发明提供一种工艺简单、低毒易回收溶剂、产品收率高、纯度高的N-叔丁基马来酰亚胺的制备方法。本发明以简单易得的顺丁烯二酸酐为原料,采用低毒、价格便宜的丙酮作为溶剂,与叔丁胺反应得到N-叔丁基马来酰胺酸,再和活泼适量的氯化亚砷发生氯代反应,合成中间体2-氯代-N-苯基琥珀酰亚胺,以酚类有机物为阻聚剂,滴加N,N-二甲基苯胺脱去氯化氢闭环制得N-叔丁基马来酰亚胺产品。所用溶剂丙酮在0.05~0.08MPa、30~50℃条件下蒸馏回收。

[0008] 为了解决上述问题,本发明采取的技术方案是:

[0009] 本发明提供一种耐热改性剂N-叔丁基马来酰亚胺的制备方法,所述制备方法包括以下步骤:

[0010] a、首先将溶剂丙酮和顺丁烯二酸酐加入反应容器中进行搅拌溶解;溶解后滴加叔丁胺和丙酮的混合液;滴加结束后控制温度为20~50℃,在此温度条件下反应1.0~2.0h;反应结束后,得到N-叔丁基马来酰胺酸;

[0011] 所述顺丁烯二酸酐与叔丁胺二者之间的摩尔比为1.0~1.1:1;所述顺丁烯二酸酐的质量与溶剂丙酮的体积之间的比例为1:2~5;所述叔丁胺和溶剂丙酮之间的质量体积比为1~2:1;

[0012] b、将步骤a得到的N-叔丁基马来酰胺酸升温至40~50℃,然后加入阻聚剂,并滴加氯化亚砷溶液;滴加完毕后控制反应温度为40~45℃,在此温度条件下保温反应1.0~2.0h;

[0013] 所述N-叔丁基马来酰胺酸与氯化亚砷二者的质量比为1.2~1.5:1,所述阻聚剂与N-叔丁基马来酰胺酸的质量比为0.01~0.03:1;

[0014] c、步骤b反应结束后,将所得反应液升温至50~55℃,然后缓慢滴加N,N-二甲基苯胺;滴加完毕后,在此温度下保温反应3.0~5.0h;

[0015] 所述N-叔丁基马来酰胺酸与N,N-二甲基苯胺二者的质量比为1.2~1.4:1;

[0016] d、步骤c反应结束后,向所得反应产物中加入20~30℃的温水搅拌,所述温水和N-叔丁基马来酰胺酸二者之间的质量比为1.5~2.0:1,搅拌后进行静置,静置后进行第一次分液;

[0017] 第一次分液后再次加入20~30℃的溶解有碳酸氢钠的温水进行搅拌,所述温水和N-叔丁基马来酰胺酸的质量比为1.0~2.0:1,所述碳酸氢钠和N-叔丁基马来酰胺酸的质量比为0.02~0.04:1;搅拌后进行静置,静置后进行第二次分液;

[0018] 最后加入20~30℃的温水进行搅拌,所述温水和N-叔丁基马来酰胺酸二者之间的质量比为2.0~3.0:1,搅拌后静置,静置后进行最后分液;

[0019] 对分液后所得液体进行加热浓缩、回收溶剂丙酮,收集沸程100~140℃/ 0.08MPa的馏分为产品,即得到产品N-叔丁基马来酰亚胺。

[0020] 根据上述的耐热改性剂N-叔丁基马来酰亚胺的制备方法,步骤a中搅拌溶解时间为10~30min。

[0021] 根据上述的耐热改性剂N-叔丁基马来酰亚胺的制备方法,步骤a滴加叔丁胺和丙酮的混合液过程中温度控制为20~30℃,滴加时间为0.5~1.0h。

[0022] 根据上述的耐热改性剂N-叔丁基马来酰亚胺的制备方法,步骤b中所述氯化亚砷溶液的质量百分浓度99.0%~99.5%;滴加氯化亚砷溶液的时间为1.0~ 1.5h。

[0023] 根据上述的耐热改性剂N-叔丁基马来酰亚胺的制备方法,步骤b中所述阻聚剂为苯酚、对苯二酚、间苯二酚和2,6-二叔丁基苯酚中的任一种。

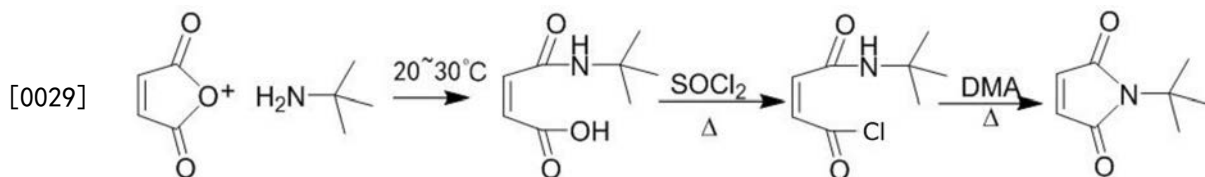
[0024] 根据上述的耐热改性剂N-叔丁基马来酰亚胺的制备方法,步骤c中滴加N,N-二甲基苯胺的时间为30~60min。

[0025] 根据上述的耐热改性剂N-叔丁基马来酰亚胺的制备方法,步骤d第一次分液过程中,加入温水后搅拌时间为10~30min;搅拌后静置时间为10~20min。

[0026] 根据上述的耐热改性剂N-叔丁基马来酰亚胺的制备方法,步骤d第二次分液过程中,加入温水后进行搅拌的时间为10~30min;所述静置时间为10~20min。

[0027] 根据上述的耐热改性剂N-叔丁基马来酰亚胺的制备方法,步骤d最后分液过程中,加入温水后搅拌时间为10~30min;搅拌后静置时间为10~20min。

[0028] 本发明制备N-叔丁基马来酰亚胺的化学反应式如下:



[0030] 本发明涉及的原料:

[0031] 顺丁烯二酸酐:又名马来酸酐或失水苹果酸酐,常简称顺酐。无色结晶,有强烈刺激气味,凝固点52.8℃,沸点202℃,易升华。

[0032] 叔丁胺:无色易燃液体,有氨臭。相对密度0.696(25/25℃)。沸点46.0℃。折射率1.377(25℃)。能与水、乙醇混溶,溶于普通有机溶剂。

[0033] 氯化亚砷:淡黄色至红色、发烟液体,有强烈刺激气味。熔点-105℃,密度:1.638g/ml。可混溶于苯、氯仿、四氯化碳等有机溶剂。遇水水解,加热分解。主要用于制造酰

基氯化物,还用于农药、医药、染料等的生产。

[0034] 丙酮:无色透明易流动液体,有芳香气味,极易挥发。熔点:-94.6℃,沸点 56.5℃,相对密度0.788 (25/25℃)。与水混溶,可混溶于乙醇、乙醚、氯仿、油类、烃类等多数有机溶剂。

[0035] 本发明的积极有益效果:

[0036] 1、本发明以氯化亚砷合成中间体闭环制备耐热改性剂N-叔丁基马来酰亚胺产品,其低温下就能脱水闭环,目标产物收率达到97%以上;避免了乙酸酐脱水闭环产生的大量乙酸废液、高沸点溶剂回流脱水闭环只有在高温条件下实现的问题,易于工业化生产。

[0037] 2、本发明合成工艺中溶剂丙酮可以循环套用,闭环反应的丙酮直接回收利用,综合成本大幅下降。

[0038] 3、本发明技术方案和现有合成工艺产出的同类产品比较,所得产品浅绿色溶液,不需再次蒸馏提纯,产品纯度高达99.5%左右;

[0039] 4、本发明反应操作方便,所用原料简单易得,产品质量稳定,易于工业化生产。

[0040] 综上所述,本发明具有显著的经济效益和社会效益。

四、附图说明:

[0041] 图1本发明实施例1所得产品N-叔丁基马来酰亚胺的高效液相色谱图;

[0042] 图2本发明实施例2所得产品N-叔丁基马来酰亚胺的高效液相色谱图;

[0043] 图3本发明实施例3所得产品N-叔丁基马来酰亚胺的高效液相色谱图;

[0044] 图4本发明实施例4所得产品N-叔丁基马来酰亚胺的高效液相色谱图;

[0045] 图5本发明实施例5所得产品N-叔丁基马来酰亚胺的高效液相色谱图;

[0046] 图6本发明产品N-叔丁基马来酰亚胺的核磁图谱。

五、具体实施方式:

[0047] 以下结合实施例进一步阐述本发明,但并不限制本发明保护的技术内容。

[0048] 实施例1:

[0049] 本发明耐热改性剂N-叔丁基马来酰亚胺的制备方法,该制备方法的详细步骤如下:

[0050] a、首先将溶剂丙酮80mL和顺丁烯二酸酐20g加入反应容器中进行搅拌溶解,搅拌溶解时间为10min;溶解后滴加18.2g叔丁胺和15.2mL丙酮的混合液,滴加过程中温度控制为25℃,滴加时间为0.5h;滴加结束后控制温度为30℃,在此温度条件下反应1.0h;反应结束后,得到N-叔丁基马来酰胺酸悬浊液(其中N-叔丁基马来酰胺酸质量为34.2g);

[0051] b、将步骤a得到的N-叔丁基马来酰胺酸升温至40℃,然后加入2,6-二叔丁基苯酚0.4g,并滴加31.83g氯化亚砷溶液(溶液的质量百分浓度为99.0%~99.5%),滴加时间为1.0h;滴加完毕后控制反应温度为40~45℃,在此温度条件下保温反应1.5h;

[0052] c、步骤b反应结束后,将所得2-氯代-N-叔丁基琥珀酰亚胺体系升温至55℃,然后缓慢滴加27.29g N,N-二甲基苯胺,30min滴加完毕;滴加完毕后,控制55℃保温反应3.0h;

[0053] d、步骤c反应结束后,向所得反应产物中加入25℃的温水60g搅拌10min,搅拌后静置20min,静置后进行第一次分液;

[0054] 第一次分液后再次加入25℃的溶解有0.8g碳酸氢钠的温水40g进行搅拌 10min; 搅拌后静置10min, 静置后进行第二次分液;

[0055] 最后加入25℃的温水76.4g进行搅拌10min, 搅拌后静置20min, 静置后进行最后分液;

[0056] 对分液后所得液体进行加热浓缩、回收溶剂丙酮, 收集沸程100~140℃/ 0.08MPa的馏分为产品, 即得到产品N-叔丁基马来酰亚胺。

[0057] 经计算和图谱分析(详见附图1), 所得产物收率为97.5%, 含量为98.6%, 密度为0.116g/ml (20℃)。

[0058] 实施例2:

[0059] 本发明耐热改性剂N-叔丁基马来酰亚胺的制备方法, 该制备方法的详细步骤如下:

[0060] a、首先将溶剂丙酮80mL和顺丁烯二酸酐20g加入反应容器中进行搅拌溶解, 搅拌溶解时间为10min; 溶解后滴加20g叔丁胺和15.2mL丙酮的混合液, 滴加过程中温度控制为25℃, 滴加时间为0.5h; 滴加结束后控制温度为30℃, 在此温度条件下反应1.0h; 反应结束后, 得到N-叔丁基马来酰胺酸(其中N 叔丁基马来酰胺酸质量为34.5g);

[0061] b、将步骤a得到的N-叔丁基马来酰胺酸升温至40℃, 然后加入对苯二酚 0.4g, 并滴加31.83g氯化亚砷溶液(该溶液的质量百分浓度99.0%~99.5%), 滴加时间为1.0h; 滴加完毕后控制反应温度为40~45℃, 在此温度条件下保温反应1.5h;

[0062] c、步骤反应结束后, 将所得2-氯代-N-叔丁基琥珀酰亚胺体系升温至55℃, 然后缓慢滴加27.29g N,N-二甲基苯胺, 30min滴加完毕; 滴加完毕后, 控制 55℃保温反应3.0h;

[0063] d、步骤c反应结束后, 向所得反应产物中加入25℃的温水60g搅拌10min, 搅拌后静置20min, 静置后进行第一次分液;

[0064] 第一次分液后再次加入25℃的溶解有0.8g碳酸氢钠的温水40g进行搅拌 10min; 搅拌后静置10min, 静置后进行第二次分液;

[0065] 最后加入25℃的温水76.4g进行搅拌10min, 搅拌后静置20min, 静置后进行最后分液;

[0066] 对分液后所得液体进行加热浓缩、回收溶剂丙酮, 收集沸程100~140℃/ 0.08MPa的馏分为产品, 即得到产品N-叔丁基马来酰亚胺。

[0067] 经计算和图谱分析(详见附图2), 所得产物收率为97.2%, 含量为99.05%, 密度为0.117g/ml (20℃)。

[0068] 实施例3:

[0069] 本发明耐热改性剂N-叔丁基马来酰亚胺的制备方法, 该制备方法的详细步骤如下:

[0070] a、首先将溶剂丙酮80mL和顺丁烯二酸酐20g加入反应容器中进行搅拌溶解, 搅拌溶解时间为10min; 溶解后滴加20g叔丁胺和15.2mL丙酮的混合液, 滴加过程中温度控制为25℃, 滴加时间为0.5h; 滴加结束后控制温度为30℃, 在此温度条件下反应1.0h; 反应结束后, 得到N-叔丁基马来酰胺酸(其中N 叔丁基马来酰胺酸质量为34.4g);

[0071] b、将步骤a得到的N-叔丁基马来酰胺酸升温至40℃, 然后加入对苯二酚 0.4g, 并滴加27.29g氯化亚砷溶液(该溶液的质量百分浓度99.0%~99.5%), 滴加时间为1.0h; 滴

加完毕后控制反应温度为40~45℃,在此温度条件下保温反应1.5h;

[0072] c、步骤反应结束后,将所得2-氯代-N-叔丁基琥珀酰亚胺体系升温至50℃,然后缓慢滴加27.29g N,N-二甲基苯胺,30min滴加完毕;滴加完毕后,控制 55℃保温反应3.0h;

[0073] d、步骤c反应结束后,向所得反应产物中加入25℃的温水60g搅拌10min,搅拌后静置20min,静置后进行第一次分液;

[0074] 第一次分液后再次加入25℃的溶解有0.8g碳酸氢钠的温水40g进行搅拌 10min;搅拌后静置10min,静置后进行第二次分液;

[0075] 最后加入25℃的温水76.4g进行搅拌10min,搅拌后静置20min,静置后进行最后分液;

[0076] 对分液后所得液体进行加热浓缩、回收溶剂丙酮,收集沸程100~140℃/ 0.08MPa的馏分为产品,即得到产品N-叔丁基马来酰亚胺。

[0077] 经计算和图谱分析(详见附图3),所得产物收率为97.3%,含量为99.1%,密度为0.116g/ml (20℃)。

[0078] 实施例4:

[0079] 本发明耐热改性剂N-叔丁基马来酰亚胺的制备方法,该制备方法的详细步骤如下:

[0080] a、首先将溶剂丙酮100mL和顺丁烯二酸酐20g加入反应容器中进行搅拌溶解,搅拌溶解时间为10min;溶解后滴加20g叔丁胺和15.2mL丙酮的混合液,滴加过程中温度控制为25℃,滴加时间为0.5h;滴加结束后控制温度为30℃,在此温度条件下反应1.0h;反应结束后,得到N-叔丁基马来酰胺酸(其中N 叔丁基马来酰胺酸质量为34.3g);

[0081] b、将步骤a得到的N-叔丁基马来酰胺酸升温至40℃,然后加入对苯二酚 0.4g,并滴加31.83g氯化亚砷溶液(该溶液的质量百分浓度99.0%~99.5%),滴加时间为1.0h;滴加完毕后控制反应温度为40~45℃,在此温度条件下保温反应1.5h;

[0082] c、步骤b反应结束后,将所得2-氯代-N-叔丁基琥珀酰亚胺体系升温至55℃,然后缓慢滴加27.29g N,N-二甲基苯胺,50min滴加完毕;滴加完毕后,控制 55℃保温反应4.0h;

[0083] d、步骤c反应结束后,向所得反应产物中加入25℃的温水60g搅拌10min,搅拌后静置20min,静置后进行第一次分液;

[0084] 第一次分液后再次加入25℃的溶解有0.8g碳酸氢钠的温水40g进行搅拌 10min;搅拌后静置10min,静置后进行第二次分液;

[0085] 最后加入25℃的温水76.4g进行搅拌10min,搅拌后静置20min,静置后进行最后分液;

[0086] 对分液后所得液体进行加热浓缩、回收溶剂丙酮,收集沸程100~140℃/ 0.08MPa的馏分为产品,即得到产品N-叔丁基马来酰亚胺。

[0087] 经计算和图谱分析(详见附图4),所得产物收率为97.5%,含量为98.59%,密度为0.116g/ml (20℃)。

[0088] 实施例5:

[0089] 本发明耐热改性剂N-叔丁基马来酰亚胺的制备方法,该制备方法的详细步骤如下:

[0090] a、首先将溶剂丙酮60mL和顺丁烯二酸酐20g加入反应容器中进行搅拌溶解,搅拌

溶解时间为15min;溶解后滴加19.05g叔丁胺和12.7mL丙酮的混合液,滴加过程中温度控制为28℃,滴加时间为1.0h;滴加结束后控制温度为40℃,在此温度条件下反应1.0h;反应结束后,得到N-叔丁基马来酰胺酸(其中N-叔丁基马来酰胺酸质量为34.2g);

[0091] b、将步骤a得到的N-叔丁基马来酰胺酸升温至50℃,然后加入间苯二酚 1.17g,并滴加54.67g氯化亚砷溶液(该溶液的质量百分浓度99.0%~99.5%),滴加时间为1.5h;滴加完毕后控制反应温度为40~45℃,在此温度条件下保温反应2.0h;

[0092] c、步骤b反应结束后,将所得2-氯代-N-叔丁基琥珀酰亚胺体系升温至50℃,然后缓慢滴加51.55g N,N-二甲基苯胺,50min滴加完毕;滴加完毕后,控制 50℃保温反应4.0h;

[0093] d、步骤c反应结束后,向所得反应产物中加入30℃的温水75g搅拌10min,搅拌后静置20min,静置后进行第一次分液;

[0094] 第一次分液后再次加入30℃的溶解有0.8g碳酸氢钠的温水45g进行搅拌 10min;搅拌后静置10min,静置后进行第二次分液;

[0095] 最后加入30℃的温水117g进行搅拌10min,搅拌后静置20min,静置后进行最后分液;

[0096] 对分液后所得液体进行加热浓缩、回收溶剂丙酮,收集沸程100~140℃/ 0.08MPa的馏分为产品,即得到产品N-叔丁基马来酰亚胺。

[0097] 经计算和图谱分析(详见附图5),所得产物收率为98.0%,含量为99.54%,密度为0.117g/ml (20℃)。

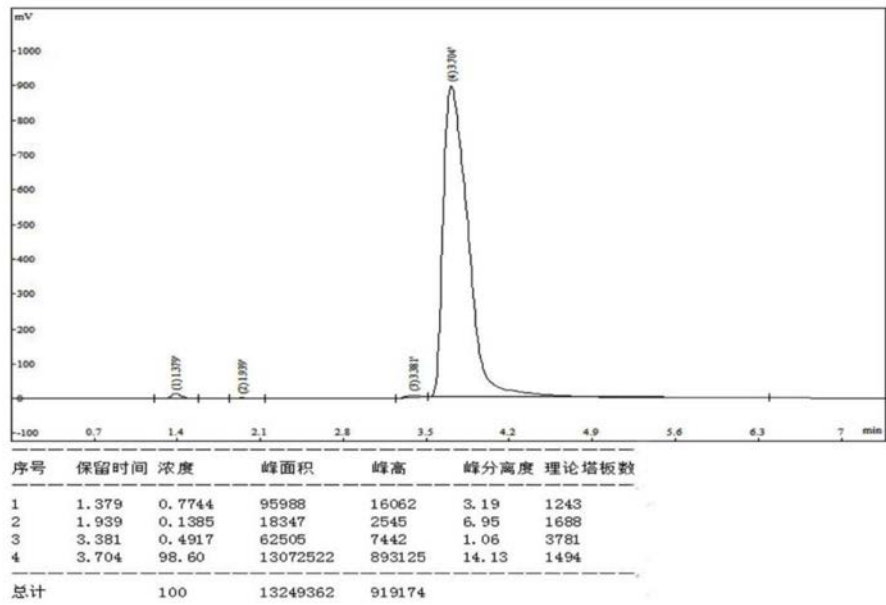


图1

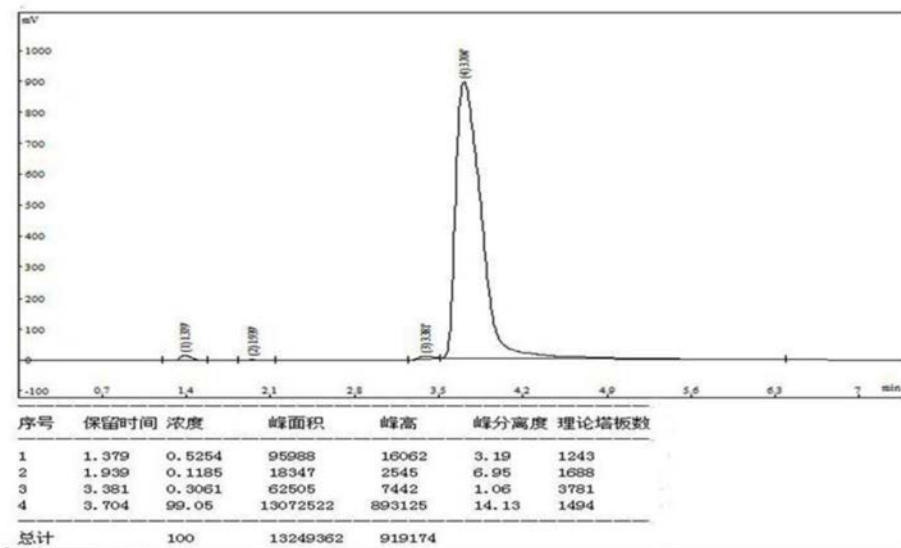


图2

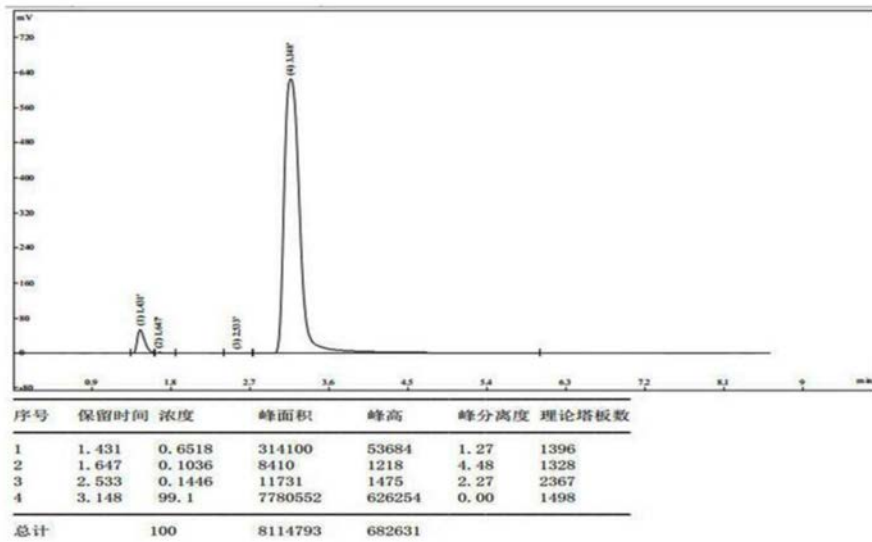


图3

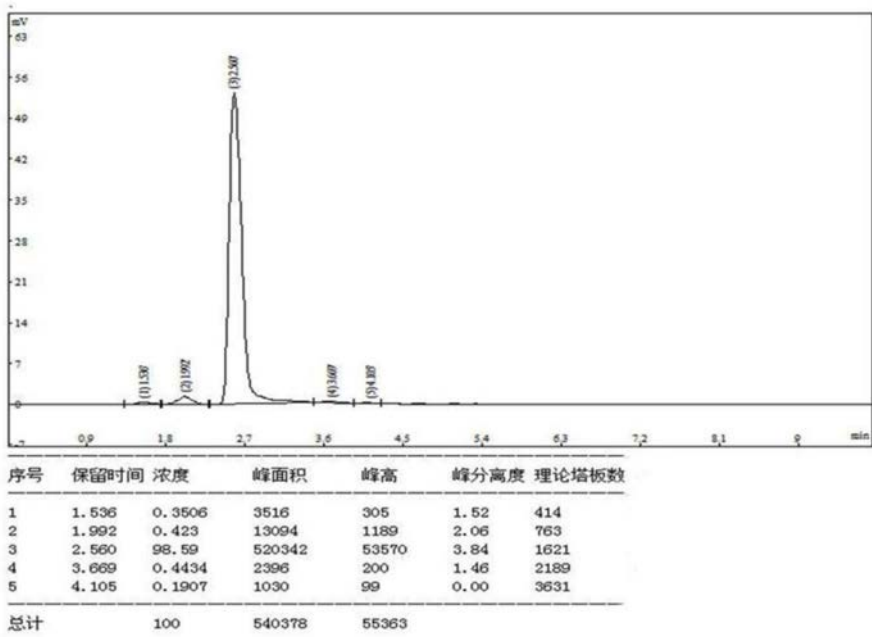


图4

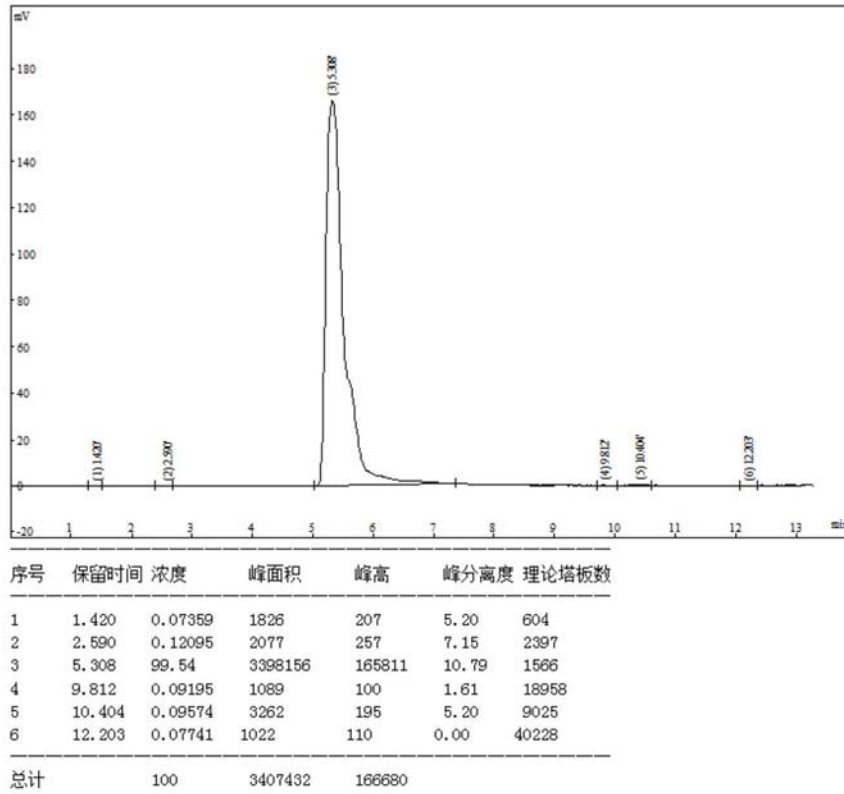


图5

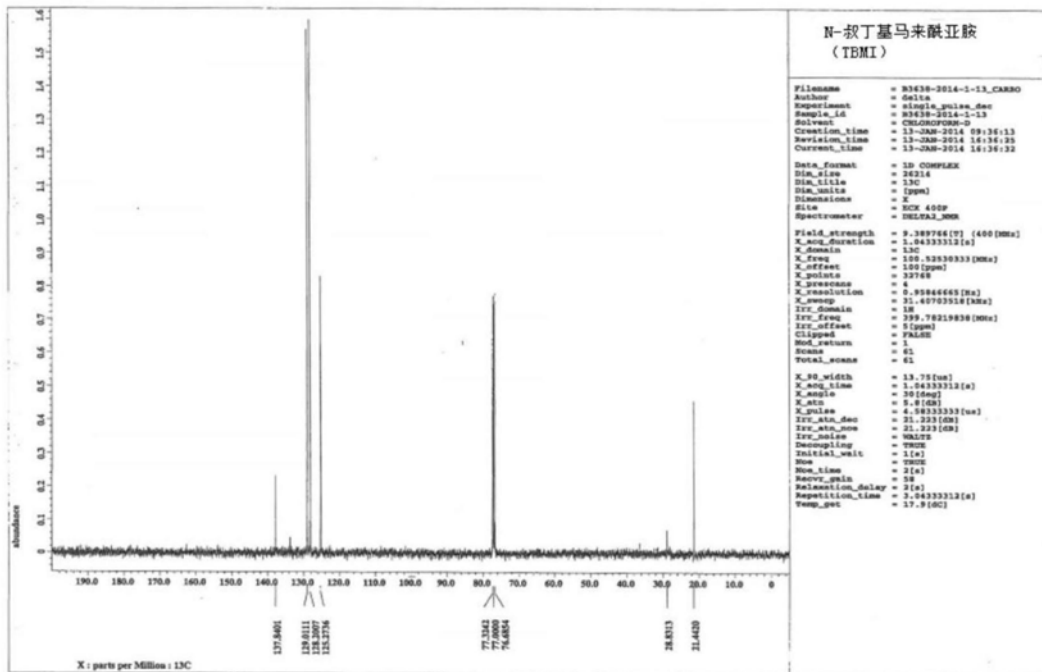


图6