

[19]中华人民共和国国家知识产权局

[51]Int. Cl<sup>7</sup>

C07D303/22

## [12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 02116451.7

[43]公开日 2002年10月16日

[11]公开号 CN 1374299A

[22]申请日 2002.4.5 [21]申请号 02116451.7  
[71]申请人 中国科学院长春应用化学研究所  
地址 130022 吉林省长春市人民大街159号  
[72]发明人 田禾 李荣先 赵雪飞 张庆余

权利要求书2页 说明书6页 附图页数0页

[54]发明名称 腰果酚缩水甘油醚的合成

[57]摘要

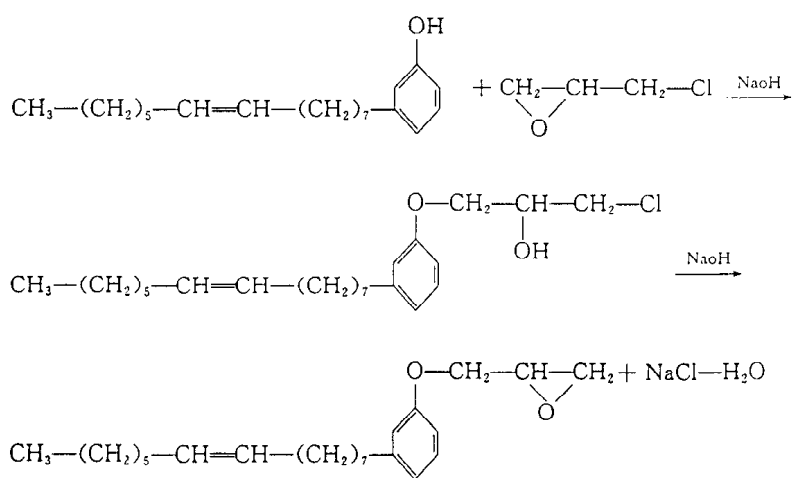
本发明属于腰果酚缩水甘油醚的合成方法。采用的腰果壳油:环氧氯丙烷:氢氧化钠(摩尔比)=0.8-1.1:1.5-3.0:0.8-2.0;腰果壳油与环氧氯丙烷在氢氧化钠存在下进行反应,本稀释剂的分子结构中,含有环氧基、苯基和长链取代基。稀释剂长期在湿腐蚀环境下、抗电化学腐蚀性、耐水性好。

I S S N 1 0 0 8 - 4 2 7 4

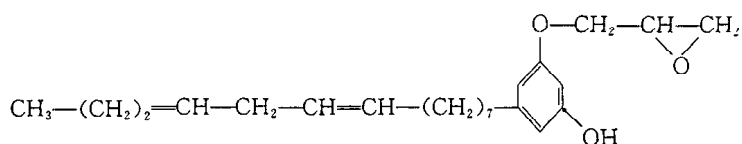
知识产权出版社出版

## 权 利 要 求 书

1. 一种腰果酚缩水甘油醚的合成，其特征在于采用的腰果壳油：环氧氯丙烷：氢氧化钠（摩尔比）=0.8-1.1： 1.5-3.0： 0.8-2.0；腰果壳油与环氧氯丙烷在氢氧化钠存在下进行反应如下：



结构 1



结构 2

其中：结构 1=90%，结构 2=10%

腰果酚缩水甘油醚的合成成分五步进行：

第一步：按摩尔比取腰果壳油，环氧氯丙烷，搅拌、通 N<sub>2</sub> 气，将氢氧化钠配制成浓度为 30% 的溶液后滴加，温度控制在 50-55℃，滴加时间为

3-4 n;

第二步： 升温到 70-75℃， 保温 3-4h;

第三步： 减压回收过量的环氧氯丙烷和水分， 温度  $80\pm 2^{\circ}\text{C}$ ， 真空度 160 mmHg 直到无馏出物， 回收的环氧氯丙烷和水分冷却后分层， 析出的环氧氯丙烷可再用；

第四步： 将产物离心过滤后， 即得第一批产品；

第五步： 将滤渣用甲苯萃取过滤后， 蒸出甲苯即得到第二批产品， 测定环氧值及粘度。

# 说 明 书

---

## 腰果酚缩水甘油醚的合成

技术领域：本发明属于腰果酚缩水甘油醚的合成方法。

背景技术：全世界每年有 1 亿多吨的有机挥发物向地环排放，其中 70% 来自于涂料。严重的污染了大自然，破坏了人类生存的环境。涂料之所以污染严重，是因为它含有大量溶剂，在干燥成膜过程中，这些溶剂都挥发在空气中，不仅污染了环境，而且对于资源也造成了极大的浪费。因此开发高固体分涂料，特别是开发无溶剂涂料是非常有意义的。

由于环氧树脂固化物具有许多优点，特别是它的粘附性和耐化学品性尤为突出，因此环氧树脂体系涂料在工业涂料中始终占有重要位置，即使无溶剂涂料也不例外。由于液体的无溶液涂料粘度比较大，要调节涂料的粘度适合施工工艺的要求，必须加入一定量的低粘度活性稀释剂，而它的加入不能影响涂料的基本性能指标。目前国内已有的产品中，如正丁基缩水甘油醚、烯丙基缩水甘油醚等，在外观、粘度、气味、毒性方面都比较可用，但因结构的原因，长期在湿腐蚀环境下、抗电化学腐蚀时使用，其耐水性能不够理想，一般在干腐蚀环境下使用较好。

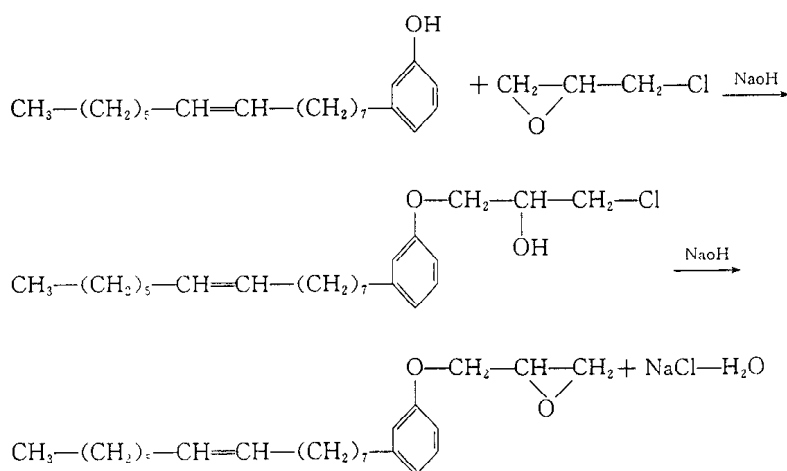
发明内容：本发明的目的是提供一种腰果酚缩水甘油醚的合成方法。本稀释剂的分子结构中，含有环氧基、苯基和长链取代基。端环氧基赋予了较高的反应活性；苯基有利于提高抗化学腐蚀性能和强度；苯环上的 C<sub>15</sub> 直链取代基，赋予了极好的耐水性和柔韧性；长碳链上的不饱和双键，使其与相同分子量的环氧化合物相比，具有较低的粘度，赋予了很好的稀释性和润湿性；分子中所含有的脂肪族长碳链结构和芳香族的苯环结构，赋

予了本产物与脂肪类环氧树脂和芳香类环氧树脂很好的相容性。

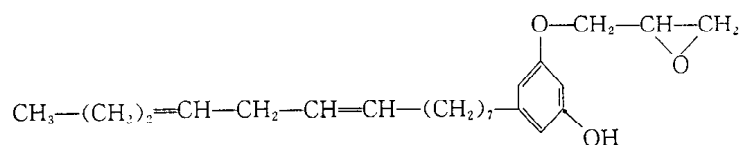
本发明采用的腰果壳油：环氧氯丙烷：氢氧化钠（摩尔比）=0.8-1.1:

1.5-3.0: 0.8-2.0;

腰果壳油与环氧氯丙烷在氢氧化钠存在下进行反应如下:



结构 1



结构 2

其中：结构 1=90%，结构 2=10%

腰果酚缩水甘油醚的合成分五步进行:

第一步：按摩尔比取腰果壳油，环氧氯丙烷，搅拌、通 N<sub>2</sub> 气，将氢氧化钠配制成浓度为 30% 的溶液后滴加，温度控制在 50-55℃，滴加时间为 3-4 h;

第二步：升温到 70-75℃，保温 3-4h；

第三步：减压回收过量的环氧氯丙烷和水分，温度  $80\pm 2^\circ\text{C}$ ，真空度 160 mmHg 直到无馏出物，回收的环氧氯丙烷和水分冷却后分层，析出的环氧氯丙烷可再用；

第四步：将产物离心过滤后，即得第一批产品；

第五步：将滤渣用甲苯萃取过滤后，蒸出甲苯即得到第二批产品，测定环氧值及粘度。

具体实施方式如下：

#### 实施例 1

在一个 500ml 的反应瓶上，装有搅拌器、冷凝器、温度计、加料口及通气管，投入腰果壳油 193.3g，环氧氯丙烷 111g，搅拌、通  $\text{N}_2$  气，开启冷凝水。然后开始滴加 30%浓度的氢氧化钠溶液 85.3g，温度控制在  $50^\circ\text{C}$ ，滴加时间为 3h。

升温至  $73\pm 2^\circ\text{C}$ ，保温 4h。

升温至  $80\pm 2^\circ\text{C}$ ，减压回收过量的环氧氯丙烷和水分，真空度 160mmHg。

将产物离心过滤后，得到第一批产品。

将滤渣用甲苯萃取、过滤、蒸出甲苯，得到第二批产品。

环氧值=0.17 粘度=160cps/ $25^\circ\text{C}$  收率=85%

#### 实施例 2

在同例 1 的装置中，投入腰果壳油 193.3，环氧氯丙烷 111g，搅拌、通  $\text{N}_2$  气、开启冷凝水。然后开始滴加 30%浓度的氢氧化钠溶液 106.7g，温度

控制在 50℃，滴加时间为 4h。

升温到 73±2℃，保温 4 h 。

升温至 80±2℃，减压回收过量的环氧氯丙烷和水。真空度 160mmHg。

将产品离心过滤，得到第一批产品。

将滤渣用甲苯萃取、过滤、蒸出甲苯，得到第二批产品。

环氧值=0.18 粘度=160cps/25℃ 收率=85%

### 实施例 3

在同例 1 的装置中,投入腰果壳油 151g，环氧氯丙烷 92.5g、搅拌、通 N<sub>2</sub> 气，开启冷凝水。然后开始滴加 30%浓度的氢氧化钠溶液 88.7g，温度控制在 50℃，滴加时间为 3h。

升温至 73±2℃，保温 3h。

升温至 80±2℃，减压回收过量的环氧氯丙烷和水分，真空度为 160mmHg。

将产物离心过滤，得到第一批产品。

将滤渣用甲苯萃取，过滤并蒸出甲苯，得到第二批产品。

环氧值=0.21 粘度=160cps/25℃ 收率=87.7%

### 实施例 4

在同例 1 的装置中，投入腰果壳油 151g，环氧氯丙烷 115.6 g，搅拌、通 N<sub>2</sub> 气，开启冷凝水。然后开始滴加 30%浓度的氢氧化钠溶液 100g，温度控制在 50℃，滴加时间为 3.5h。

升温至 73±2℃，保温 3.5h。

升温至 80±2℃，减压回收过量的环氧氯丙烷和水分，真空度为

160mmHg。

将产物离心过滤，得到第一批产品。

将滤渣用甲苯萃取，过滤并蒸出甲苯，得到第二批产品。

环氧值=0.20 粘度=160cps/25℃ 收率=87.7%

#### 实施例 5

在同例 1 的装置中，投入腰果壳油 120.8g，环氧氯丙烷 111 g，搅拌、通 N<sub>2</sub> 气，开启冷凝水。然后开始滴加 30%浓度的氢氧化钠溶液 106.7g，温度控制在 55℃，滴加时间为 3.5h。

升温至 73±2℃，保温 3.5h。

升温至 80±2℃，减压回收过量的环氧氯丙烷和水分，真空度为 160mmHg。

将产物离心过滤，得到第一批产品。

将滤渣用甲苯萃取，过滤并蒸出甲苯，得到第二批产品。

环氧值=0.18 粘度=160cps/25℃ 收率=87.8%

#### 实施例 6

在同例 1 的装置中，投入腰果壳油 133g，环氧氯丙烷 111 g，搅拌、通 N<sub>2</sub> 气，开启冷凝水。然后开始滴加 30%浓度的氢氧化钠溶液 106.7g，温度控制在 55℃，滴加时间为 3.5h。

升温至 73±2℃，保温 4h。

升温至 80±2℃，减压回收过量的环氧氯丙烷和水分，真空度为 160mmHg。

将产物离心过滤，得到第一批产品。



将滤渣用甲苯萃取，过滤并蒸出甲苯，得到第二批产品。

环氧值=0.18 粘度=160cps/25℃ 收率=87.8%