



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 111647015 A

(43)申请公布日 2020.09.11

(21)申请号 202010659178.2

C08L 69/00(2006.01)

(22)申请日 2020.07.09

C08L 23/08(2006.01)

(71)申请人 上海石化西尼尔化工科技有限公司

C08L 67/02(2006.01)

地址 201500 上海市金山区金山卫镇纬五
路沪杭路口

C08L 55/02(2006.01)

(72)发明人 宋兆成 葛衍珍 曹标

(74)专利代理机构 上海申新律师事务所 31272

代理人 郎祺

(51)Int.Cl.

C07F 9/145(2006.01)

C08K 5/526(2006.01)

C08L 25/06(2006.01)

C08L 23/12(2006.01)

C08L 77/00(2006.01)

C08L 75/04(2006.01)

权利要求书2页 说明书5页

(54)发明名称

一种高耐热亚磷酸酯抗氧化剂PEPQ及其制备
方法和应用

(57)摘要

本发明公开了一种高耐热亚磷酸酯抗氧化剂PEPQ及其制备方法和应用,包括以下步骤:S1:向反应容器中加入4,4-二溴联苯、黄磷、三溴化磷,制备对磷溴联苯;S2:制备2,4-二叔丁基苯酚的二甲苯溶液;S3:对反应容器进行降温,将2,4-二叔丁基苯酚的二甲苯溶液加入其内,将反应容器抽真空,进行回流反应,即得四(2,4-二叔丁基酚)4,4'-联苯二亚磷酸酯;S4:向所述反应容器中加入中和二甲苯、正二丁胺、三乙胺、三乙醇胺以进行中和反应,得产物混合液;S5:加入助滤型硅藻土,然后进行热过滤;S6:将抗氧化剂晶体洗涤、过滤、烘干。本发明制备的亚磷酸酯抗氧化剂PEPQ不仅高温抗氧化性能突出,不污染、不着色,而且抗水解性能优良,挥发性低、耐析出性高,具有良好的耐持久性。

1. 一种高耐热亚磷酸酯抗氧剂PEPQ的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

S1:向一反应容器中加入4,4-二溴联苯、黄磷、三溴化磷,并用氮气置换三次,将反应容器密闭,梯度升温反应,得中间体对磷溴联苯;

S2:在一烧杯内加入2,4-二叔丁基苯酚和反应二甲苯,常温溶解完全,得2,4-二叔丁基苯酚的二甲苯溶液;

S3:对所述反应容器进行降温,将经步骤S2制得的2,4-二叔丁基苯酚的二甲苯溶液加入所述反应容器内,将所述反应容器抽真空,进行回流反应,即得四(2,4-二叔丁基酚)4,4'-联苯二亚磷酸酯,并蒸馏出反应二甲苯,回收;

S4:向所述反应容器中加入中和二甲苯、正二丁胺、三乙胺、三乙醇胺以进行中和反应,得产物混合液;

S5:调节经步骤S4制得的产物混合液的PH为8-9,加入助滤型硅藻土,然后进行热过滤,蒸馏出中和二甲苯回收,同时析出四(2,4-二叔丁基酚)4,4'-联苯二亚磷酸酯晶体;

S6:将经步骤S5析出的晶体中加入甲醇进行洗涤、过滤、烘干,即得所述抗氧剂PEPQ。

2. 根据权利要求1所述的高耐热亚磷酸酯抗氧剂PEPQ的制备方法,其特征在于,在S1中的所述梯度升温反应为:第一阶段:在常压下,加热升温,使所述反应容器内温度升至100-110℃,接着,在100-110℃下保温反应;第二阶段:加热升温,使所述反应容器内温度升至180-190℃,接着,在180-190℃下保温反应;第三阶段:加热升温,使所述反应容器内温度升至260-270℃,接着,在260-270℃下保温反应;第四阶段:加热升温,使所述反应容器内温度升至290-300℃,接着,在290-300℃下保温反应。

3. 根据权利要求2所述的高耐热亚磷酸酯抗氧剂PEPQ的制备方法,其特征在于,所述第一阶段中,所述加热升温的持续时间为1.5-2小时,所述保温反应的持续时间为1小时;所述第二阶段中,所述加热升温的持续时间为1.5-2小时,所述保温反应的持续时间为2小时;所述第三阶段中,所述加热升温的持续时间为1.5-2小时,所述保温反应的持续时间为3小时;所述第四阶段中,所述加热升温的持续时间为0.7-1小时,所述保温反应的持续时间为2小时。

4. 根据权利要求1所述的高耐热亚磷酸酯抗氧剂PEPQ的制备方法,其特征在于,步骤S3包括:将所述反应容器内温度降至110-120℃,启动真空泵抽真空,所述反应容器内的尾气分别经过清水、碱水、干燥剂吸收后再进入真空泵,使得所述反应容器内的压力为-60--70kpa的条件下,滴加经步骤S2制得的2,4-二叔丁基苯酚的二甲苯溶液,并于30-40分钟内滴加完毕,进行回流反应4-5小时;步骤S3还包括:反应完全后,在-60-70kpa的压力和110-120℃的温度下,将所述反应容器中的反应二甲苯蒸馏出来,回收。

5. 根据权利要求1所述的高耐热亚磷酸酯抗氧剂PEPQ的制备方法,其特征在于,步骤S4具体为:将所述反应容器内的压力调节至-93kpa以下,温度升至120-130℃条件下,加入中和二甲苯、正二丁胺、三乙胺、三乙醇胺,进行中和反应0.5小时,得产物混合液。

6. 根据权利要求1所述的高耐热亚磷酸酯抗氧剂PEPQ的制备方法,其特征在于,步骤S5包括:在120-130℃和 ≤ -96 kpa的条件下,从所述产物混合液中蒸馏出中和二甲苯,回收。

7. 根据权利要求1所述的高耐热亚磷酸酯抗氧剂PEPQ的制备方法,其特征在于,步骤S6包括:随着在三口瓶内蒸中和二甲苯的进行,抗氧剂晶体逐步析出,中和二甲苯蒸完后,向所述三口瓶内加入600ml甲醇洗涤所述抗氧剂晶体,形成浆状料,然后将所述三口瓶内的温

度降至30℃及以下,开始过滤,在布氏漏斗中形成滤饼后,用60ml甲醇淋洗所述滤饼;步骤S6还包括:过滤结束后,将所述滤饼放入真空烘箱中,在 ≤ -96 kpa压力下、90-95℃温度范围内,烘干2小时,即得亚磷酸酯抗氧剂成品;过滤后的母液经过常压蒸馏后,回收所述甲醇。

8. 根据权利要求1所述的高耐热亚磷酸酯抗氧剂PEPQ的制备方法,其特征在于,所述4,4-二溴联苯与所述黄磷的摩尔比为1: (1.31-1.33);所述4,4-二溴联苯与所述三溴化磷的摩尔比为1: (0.65-0.67);所述4,4-二溴联苯与所述2,4-二叔丁基苯酚的摩尔比为1: (4.03-4.06);所述4,4-二溴联苯与所述反应二甲苯的摩尔比为1: (11.2-11.5);所述4,4-二溴联苯与所述中和二甲苯的摩尔比为1: (11.2-11.5);所述4,4-二溴联苯与所述二正丁胺的摩尔比为1: (0.05-0.06);所述4,4-二溴联苯与所述三乙胺的摩尔比为1: (0.06-0.07);所述4,4-二溴联苯与所述三乙醇胺的摩尔比为1: (0.13-0.14);所述4,4-二溴联苯与所述甲醇的摩尔比为1: (51-52)。

9. 采用如权利要求1-8任一项所述方法制得的高耐热亚磷酸酯抗氧剂PEPQ。

10. 根据权利要求9所述的高耐热亚磷酸酯抗氧剂PEPQ,其特征在于,适用于PS、PP、PA、PU、PC、EVA、PE-LLD、PBT、PET和ABS高聚物。

一种高耐热亚磷酸酯抗氧剂PEPQ及其制备方法和应用

技术领域

[0001] 本发明涉及化工助剂合成领域,尤其涉及一种高耐热亚磷酸酯抗氧剂PEPQ及其制备方法和应用。

背景技术

[0002] 抗氧剂是聚合物树脂加工和应用过程中稳定化重要助剂,其应用几乎涉及所有聚合物及其制品。近年来我国聚合物制品产量增长迅速,这为抗氧剂的开发和应用提供了良好的市场前景。亚磷酸酯抗氧剂是一种性能优异的高效抗氧剂,不仅能提高聚合物加工稳定性,而且具有良好的色泽稳定性,耐热稳定性和优异的抗水解性能,因此在聚烯烃、苯乙烯类树脂和工程热塑性树脂等高分子材料中有着很好的应用前景。

[0003] 亚磷酸酯辅助抗氧剂是20世纪90年代聚合物稳定化助剂中品种开发最活跃的领域之一。十年间新结构品种层出不穷,但通过它们的化学结构可以发现,这些新结构的亚磷酸酯大多数包含取代芳环,而且以季戊四醇双亚磷酸酯螺环结构和双酚亚磷酸酯结构居多,导致现有技术中的亚磷酸酯辅助抗氧剂在高温抗氧化性能和水解稳定性这两个方面存在严重不足;此外,目前市场上的亚磷酸酯抗氧剂的生产工艺采用苯作为反应溶剂,存在以下问题:1、苯毒性大,属于易致癌化学品;2、副产物多(氯化铝、氯化钠等),固废量大,处理费用高,不环保;3、收率低。

发明内容

[0004] 本发明的目的是针对现有技术中的不足,提供一种高耐热亚磷酸酯抗氧剂PEPQ及其制备方法和应用,采用本发明方法制备的亚磷酸酯抗氧剂PEPQ不仅高温抗氧化性能突出,不污染、不着色,而且抗水解性能优良,挥发性低、耐析出性高,具有良好的耐持久性。

[0005] 为实现上述目的,本发明采取的技术方案是:

[0006] 本发明第一方面提供一种高耐热亚磷酸酯抗氧剂PEPQ的制备方法,包括以下步骤:

[0007] S1:向一反应容器中加入4,4-二溴联苯、黄磷、三溴化磷,并用氮气置换三次,将反应容器密闭,梯度升温反应,得中间体对磷溴联苯;

[0008] S2:在一烧杯内加入2,4-二叔丁基苯酚和反应二甲苯,常温溶解完全,得2,4-二叔丁基苯酚的二甲苯溶液;

[0009] S3:对所述反应容器进行降温,将经步骤S2制得的2,4-二叔丁基苯酚的二甲苯溶液加入所述反应容器内,将所述反应容器抽真空,进行回流反应,即得四(2,4-二叔丁基酚)4,4'-联苯二亚磷酸酯,并蒸馏出反应二甲苯,回收;

[0010] S4:向所述反应容器中加入中和二甲苯、正二丁胺、三乙胺、三乙醇胺以进行中和反应,得产物混合液;

[0011] S5:调节经步骤S4制得的产物混合液的PH为8-9,加入助滤型硅藻土,然后进行热过滤,蒸馏出中和二甲苯回收,同时析出四(2,4-二叔丁基酚)4,4'-联苯二亚磷酸酯晶体;

[0012] S6: 将经步骤S5析出的晶体中加入甲醇进行洗涤、过滤、烘干, 即得所述抗氧剂PEPQ。

[0013] 优选的, 在S1中的所述梯度升温反应为: 第一阶段: 在常压下, 加热升温, 使所述反应容器内温度升至100-110℃, 接着, 在100-110℃下保温反应; 第二阶段: 加热升温, 使所述反应容器内温度升至180-190℃, 接着, 在180-190℃下保温反应; 第三阶段: 加热升温, 使所述反应容器内温度升至260-270℃, 接着, 在260-270℃下保温反应; 第四阶段: 加热升温, 使所述反应容器内温度升至290-300℃, 接着, 在290-300℃下保温反应。

[0014] 优选的, 所述第一阶段中, 所述加热升温的持续时间为1.5-2小时, 所述保温反应的持续时间为1小时; 所述第二阶段中, 所述加热升温的持续时间为1.5-2小时, 所述保温反应的持续时间为2小时; 所述第三阶段中, 所述加热升温的持续时间为1.5-2小时, 所述保温反应的持续时间为3小时; 所述第四阶段中, 所述加热升温的持续时间为0.7-1小时, 所述保温反应的持续时间为2小时。

[0015] 优选的, 步骤S3包括: 将所述反应容器内温度降至110-120℃, 启动真空泵抽真空, 所述反应容器内的尾气分别经过清水、碱水、干燥剂吸收后再进入真空泵, 使得所述反应容器内的压力为-60--70kpa的条件下, 滴加经步骤S2制得的2,4-二叔丁基苯酚的二甲苯溶液, 并于30-40分钟内滴加完毕, 进行回流反应4-5小时; 步骤S3还包括: 反应完全后, 在-60--70kpa的压力和110-120℃的温度下, 将所述反应容器中的反应二甲苯蒸馏出来, 回收。

[0016] 优选的, 步骤S4具体为: 将所述反应容器内的压力调节至-93kpa以下, 温度升至120-130℃条件下, 加入中和二甲苯、正二丁胺、三乙胺、三乙醇胺, 进行中和反应0.5小时, 得产物混合液。

[0017] 优选的, 步骤S5包括: 在120-130℃和 \leq -96kpa的条件下, 从所述产物混合液中蒸馏出中和二甲苯, 回收。

[0018] 优选的, 步骤S6包括: 随着在三口瓶内蒸中和二甲苯的进行, 抗氧剂晶体逐步析出, 中和二甲苯蒸完后, 向所述三口瓶内加入600ml甲醇洗涤所述抗氧剂晶体, 形成浆状料, 然后将所述三口瓶内的温度降至30℃及以下, 开始过滤, 在布氏漏斗中形成滤饼后, 用60ml甲醇淋洗所述滤饼; 步骤S6还包括: 过滤结束后, 将所述滤饼放入真空烘箱中, 在 \leq -96kpa压力下、90-95℃温度范围内, 烘干2小时, 即得亚磷酸酯抗氧剂成品; 过滤后的母液经过常压蒸馏后, 回收所述甲醇。

[0019] 优选的, 所述4,4-二溴联苯与所述黄磷的摩尔比为1:(1.31-1.33); 所述4,4-二溴联苯与所述三氯化磷的摩尔比为1:(0.65-0.67); 所述4,4-二溴联苯与所述2,4-二叔丁基苯酚的摩尔比为1:(4.03-4.06); 所述4,4-二溴联苯与所述反应二甲苯的摩尔比为1:(11.2-11.5); 所述4,4-二溴联苯与所述中和二甲苯的摩尔比为1:(11.2-11.5); 所述4,4-二溴联苯与所述二正丁胺的摩尔比为1:(0.05-0.06); 所述4,4-二溴联苯与所述三乙胺的摩尔比为1:(0.06-0.07); 所述4,4-二溴联苯与所述三乙醇胺的摩尔比为1:(0.13-0.14); 所述4,4-二溴联苯与所述甲醇的摩尔比为1:(51-52)。

[0020] 本发明第二方面提供采用如上述方法制得的高耐热亚磷酸酯抗氧剂PEPQ。

[0021] 本发明第三方面提供上述高耐热亚磷酸酯抗氧剂PEPQ适用于PS、PP、PA、PU、PC、EVA、PE-LLD、PBT、PET和ABS高聚物。

[0022] 本发明采用以上技术方案, 与现有技术相比, 具有如下技术效果:

[0023] 1、采用本发明方法制备的亚磷酸酯抗氧剂PEPQ不仅耐高温抗氧化性能突出,不污染、不着色,而且抗水解性能优良,挥发性低、耐析出性高,具有良好的耐持久性。

[0024] 2、本发明的方法原辅料不属于剧毒品、反应过程中不需要催化剂,避免因处理催化剂而产生的“三废”,不产生废水、废液,且由于硅藻土的加入使得废固量小;收率较高,是现有的生产工艺所远远达不到的。

具体实施方式

[0025] 下面结合具体实施例对本发明作进一步说明,但不作为本发明的限定。

[0026] 需要说明的是,在不冲突的情况下,本发明中的实施例及实施例中的特征可以相互组合。

[0027] 本发明第一方面提供一种高耐热亚磷酸酯抗氧剂PEPQ的制备方法,包括以下步骤:

[0028] S1:向一反应容器中加入4,4-二溴联苯、黄磷、三溴化磷,并用氮气置换三次,将反应容器密闭,梯度升温反应,得中间体对磷溴联苯;

[0029] S2:在一烧杯内加入2,4-二叔丁基苯酚和反应二甲苯,常温溶解完全,得2,4-二叔丁基苯酚的二甲苯溶液;

[0030] S3:对所述反应容器进行降温,将经步骤S2制得的2,4-二叔丁基苯酚的二甲苯溶液加入所述反应容器内,将所述反应容器抽真空,进行回流反应,即得四(2,4-二叔丁基酚)4,4'-联苯二亚磷酸酯,并蒸馏出反应二甲苯,回收;

[0031] S4:向所述反应容器中加入中和二甲苯、正二丁胺、三乙胺、三乙醇胺以进行中和反应,得产物混合液;

[0032] S5:调节经步骤S4制得的产物混合液的PH为8-9,加入助滤型硅藻土,然后进行热过滤,蒸馏出中和二甲苯回收,同时析出四(2,4-二叔丁基酚)4,4'-联苯二亚磷酸酯晶体;

[0033] S6:将经步骤S5析出的晶体中加入甲醇进行洗涤、过滤、烘干,即得所述抗氧剂PEPQ。

[0034] 在一个优选实施例中,在S1中的所述梯度升温反应为:第一阶段:在常压下,加热升温,使所述反应容器内温度升至100-110℃,接着,在100-110℃下保温反应;第二阶段:加热升温,使所述反应容器内温度升至180-190℃,接着,在180-190℃下保温反应;第三阶段:加热升温,使所述反应容器内温度升至260-270℃,接着,在260-270℃下保温反应;第四阶段:加热升温,使所述反应容器内温度升至290-300℃,接着,在290-300℃下保温反应。

[0035] 在一个优选实施例中,所述第一阶段中,所述加热升温的持续时间为1.5-2小时,所述保温反应的持续时间为1小时;所述第二阶段中,所述加热升温的持续时间为1.5-2小时,所述保温反应的持续时间为2小时;所述第三阶段中,所述加热升温的持续时间为1.5-2小时,所述保温反应的持续时间为3小时;所述第四阶段中,所述加热升温的持续时间为0.7-1小时,所述保温反应的持续时间为2小时。

[0036] 在一个优选实施例中,步骤S3包括:将所述反应容器内温度降至110-120℃,启动真空泵抽真空,所述反应容器内的尾气分别经过清水、碱水、干燥剂吸收后再进入真空泵,使得所述反应容器内的压力为-60--70kpa的条件下,滴加经步骤S2制得的2,4-二叔丁基苯酚的二甲苯溶液,并于30-40分钟内滴加完毕,进行回流反应4-5小时。步骤S3包括:反应完

全后,在-60--70kpa的压力和110-120℃的温度下,将所述反应容器中的反应二甲苯蒸馏出来,回收。

[0037] 在一个优选实施例中,步骤S4具体为:将所述反应容器内的压力调节至-93kpa以下,温度升至120-130℃条件下,加入中和二甲苯、正二丁胺、三乙胺、三乙醇胺,进行中和反应0.5小时,得产物混合液。

[0038] 在一个优选实施例中,步骤S5包括:在120-130℃和 \leq -96kpa的条件下,从所述产物混合液中蒸馏出中和二甲苯,回收。

[0039] 在一个优选实施例中,步骤S6包括:随着在三口瓶内蒸中和二甲苯的进行,抗氧剂晶体逐步析出,中和二甲苯蒸完后,向所述三口瓶内加入600ml甲醇洗涤所述抗氧剂晶体,形成浆状料,然后将所述三口瓶内的温度降至30℃及以下,开始过滤,在布氏漏斗中形成滤饼后,用60ml甲醇淋洗所述滤饼。步骤S6包括:过滤结束后,将所述滤饼放入真空烘箱中,在 \leq -96kpa压力下、90-95℃温度范围内,烘干2小时,即得亚磷酸酯抗氧剂成品;过滤后的母液经过常压蒸馏后,回收所述甲醇。

[0040] 在一个优选实施例中,所述4,4-二溴联苯与所述黄磷的摩尔比为1:(1.31-1.33);所述4,4-二溴联苯与所述三溴化磷的摩尔比为1:(0.65-0.67);所述4,4-二溴联苯与所述2,4-二叔丁基苯酚的摩尔比为1:(4.03-4.06);所述4,4-二溴联苯与所述反应二甲苯的摩尔比为1:(11.2-11.5);所述4,4-二溴联苯与所述中和二甲苯的摩尔比为1:(11.2-11.5);所述4,4-二溴联苯与所述二正丁胺的摩尔比为1:(0.05-0.06);所述4,4-二溴联苯与所述三乙胺的摩尔比为1:(0.06-0.07);所述4,4-二溴联苯与所述三乙醇胺的摩尔比为1:(0.13-0.14);所述4,4-二溴联苯与所述甲醇的摩尔比为1:(51-52)。

[0041] 本发明第二方面提供采用如上述方法制得的高耐热亚磷酸酯抗氧剂PEPQ。

[0042] 本发明第三方面提供上述高耐热亚磷酸酯抗氧剂PEPQ适用于PS、PP、PA、PU、PC、EVA、PE-LLD、PBT、PET和ABS等高聚物。

[0043] 下述亚磷酸酯抗氧剂PEPQ的制备方法中的步骤如无特别说明均为常规操作,所述原料如无特别说明均能从公开商业途径获得。

[0044] 实施例1

[0045] 按照以下步骤制备一种亚磷酸酯抗氧剂PEPQ:

[0046] S1:向一1000ml的五口反应瓶中加入90.50g 4,4-二溴联苯、11.99g黄磷、52.42g三溴化磷,并用浓度为99.99%的氮气置换三次,然后将五口反应瓶密闭,给五口反应瓶升温,进行第一阶段反应,在1.5-2小时内由常温升至100-110℃,保温反应1小时;第二阶段反应,在1.5-2小时内由100-110℃升至180-190℃,保温反应2小时;第三阶段反应,在1.5-2小时内由180-190℃升至260-270℃,保温反应3小时;第四阶段反应,在0.7-1小时内由260-270℃升至290-300℃,保温反应时间2小时,生成中间体对磷溴联苯;

[0047] S2:取239g 2,4-二叔丁基苯酚、400ml反应二甲苯(作为反应溶剂)放在烧杯内在常温下溶解完全,即得2,4-二叔丁基苯酚的二甲苯溶液;

[0048] S3:启动真空泵,将五口反应瓶拉真空至-60--70kpa,进真空泵前,五口反应瓶内的尾气(溴化氢)分别经过清水、碱水、干燥剂(氯化钙、氯化镁)吸收后进入真空泵,防止反应的副产物溴化氢进入真空泵腐蚀。将配置好的2,4-二叔丁基苯酚的二甲苯溶液倒入1000ml五口反应瓶上的滴液漏斗中,控制滴液漏斗考克开度,在30-40分钟内匀速滴加到五

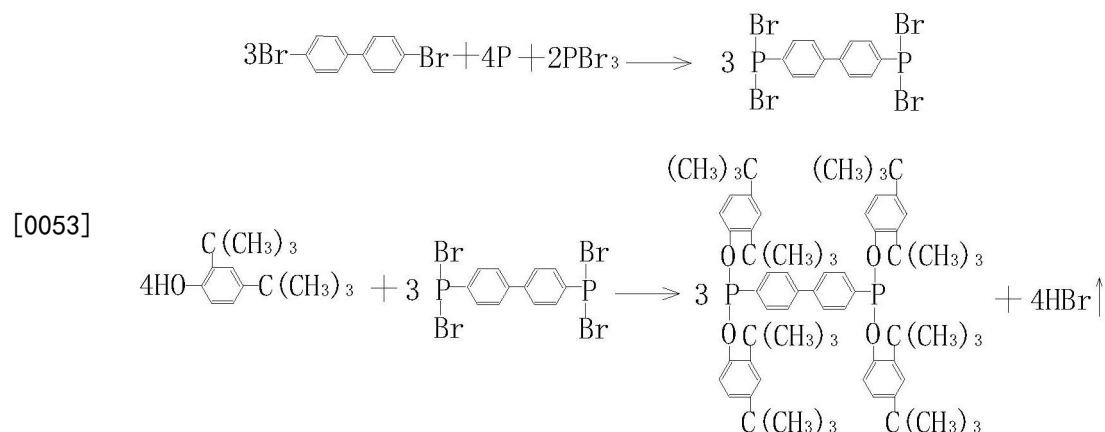
口反应瓶中,滴加结束后,在-60--70kpa压力下、110~120℃温度下进行保温反应4-5小时,生成四(2,4-二叔丁基酚)4,4'-联苯二亚磷酸酯粗品及副产物溴化氢,此时二甲苯必须要有较大回流,确保副产物溴化氢被抽走;溴化氢被水分三级吸收生成不同浓度的氢溴酸,由低浓度的氢溴酸继续吸收溴化氢变成浓氢溴酸,这样可以将溴化氢吸收率控制在99.9%左右;在-60--70kpa压力下、110-120℃温度下开始将五口反应瓶中的反应二甲苯蒸出来,为下批反应使用,反应二甲苯尽可能蒸干净,减少溴化氢残留;

[0049] S4:反应液蒸反应二甲苯结束时,温度控制在120-130℃,压力控制在-93kpa以下,向五口反应瓶中加入400ml中和二甲苯(作为中和溶剂)、2g正二丁胺、2g三乙胺、6g三乙醇胺,在120-130℃温度范围内、微正压条件下进行中和保温,保温时间控制在0.5小时,得产物混合液;

[0050] S5:加入的碱性助剂与残留的溴化氢反应,使得反应液呈碱性,PH值控制在8-9之间,加入3g助滤型硅藻土,搅拌10分钟,然后进行热过滤,将反应的副产物及盐分过滤掉,滤液放入另外一个三口瓶中,在120-130℃温度范围内、≤-96kpa压力条件下,将中和二甲苯蒸出来,为下批生产使用,尽可能将二甲苯蒸干;

[0051] S6:随着蒸中和二甲苯的进行,抗氧剂晶体逐步析出,中和二甲苯蒸完后,向三口瓶内加入600ml甲醇洗涤抗氧剂,形成浆状料,将残留的二甲苯、副产物、盐分等杂质溶到甲醇中,将三口瓶温度降至30℃及以下,开始过滤,在布氏漏斗中形成滤饼后,用60ml甲醇淋洗滤饼,过滤结束后,将滤饼放入真空烘箱中,在≤-96kpa压力下、90-95℃温度范围内,烘干2小时,得到亚磷酸酯抗氧剂PEPQ成品291.6g,采用本发明工艺生产亚磷酸酯抗氧剂PEPQ收率达到97-98%,收率较高。过滤后的母液经过常压蒸馏后,得到的甲醇为下批生产亚磷酸酯抗氧剂PEPQ回用。

[0052] 具体反应方程式如下:



[0054] 以上所述仅为本发明较佳的实施例,并非因此限制本发明的实施方式及保护范围,对于本领域技术人员而言,应当能够意识到凡运用本发明说明书内容所作出的等同替换和显而易见的变化所得到的方案,均应当包含在本发明的保护范围内。