



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104478796 A

(43) 申请公布日 2015. 04. 01

(21) 申请号 201410795097. X

(22) 申请日 2014. 12. 18

(71) 申请人 天津汉德威药业有限公司

地址 300350 天津市津南区二八公路翟家甸
桥北

(72) 发明人 王立峰

(74) 专利代理机构 天津滨海科纬知识产权代理
有限公司 12211

代理人 韩敏

(51) Int. Cl.

C07D 213/81(2006. 01)

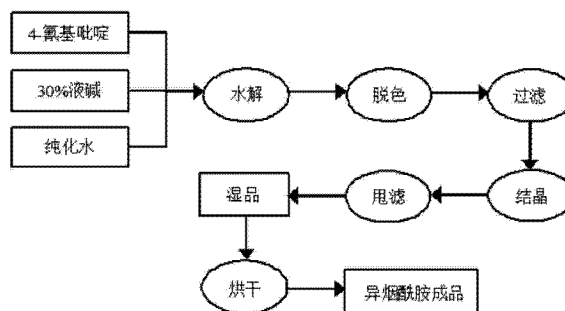
权利要求书1页 说明书8页 附图7页

(54) 发明名称

一种异烟酰胺的制备方法

(57) 摘要

本发明提供一种异烟酰胺的制备方法, 将 4- 氰基吡啶和纯化水加入四口瓶中, 启动搅拌并开始加热, 当四口瓶内的溶液升至 65 ~ 75℃, 向四口瓶中滴加质量分数为 25 ~ 35% 氢氧化钠溶液; 滴加完毕后, 控制反应温度为 75 ~ 105℃, 反应时间为 3 ~ 4 小时; 其中, 使用的 4- 氰基吡啶、氢氧化钠和纯化水的质量比为 1:0. 013 ~ 0. 020:1 ~ 2; 然后经过脱色、结晶、甩滤、烘干等步骤后, 得到异烟酰胺成品。使用本发明制备异烟酰胺, 其生成物只有异烟酰胺, 杂质含量极低, 且收率高, 大幅度的提高了产品的质量。



1. 一种异烟酰胺的制备方法,其特征在于:包括如下制备步骤,

1)、水解反应将 4- 氰基吡啶和纯化水加入四口瓶中,启动搅拌并开始加热,当四口瓶内的溶液升至 $65 \sim 75^{\circ}\text{C}$,向四口瓶中滴加质量分数为 $25 \sim 35\%$ 氢氧化钠溶液;滴加完毕后,控制反应温度为 $75 \sim 105^{\circ}\text{C}$,反应时间为 $3 \sim 4$ 小时;其中,使用的 4- 氰基吡啶、氢氧化钠和纯化水的质量比为 $1:0.013 \sim 0.020:1 \sim 2$;

2)、脱色反应

向步骤 1) 反应后的溶液中加入活性炭,在 $85 \sim 95^{\circ}\text{C}$ 下脱色 $0.5 \sim 1.5$ 小时,其中 4- 氰基吡啶与活性炭的质量比为 $1:0.03 \sim 0.05$;

3)、结晶

将步骤 2) 脱色后的溶液进行过滤,将过滤后的滤液倒入烧杯中,先用常温水进行降温,待结晶完全析出后,改为冷冻水进行降温,当烧杯内的液体温度降至 $0 \sim 8^{\circ}\text{C}$ 后,进行甩滤,并用 $0 \sim 8^{\circ}\text{C}$ 的纯化水冲洗,甩滤至无液体滴出为止;

4)、烘干

将步骤 3) 经过甩滤后的物料放置于真空干燥箱中,在 $80 \sim 90^{\circ}\text{C}$ 下进行烘干,即得到异烟酰胺成品。

2. 根据权利要求 1 所述的异烟酰胺的制备方法,其特征在于:步骤 1) 中,当四口瓶内的溶液升至 70°C ,向四口瓶中滴加质量分数为 30% 氢氧化钠溶液。

3. 根据权利要求 1 所述的异烟酰胺的制备方法,其特征在于:步骤 1) 中,滴加完毕后,控制反应温度为 $90 \sim 95^{\circ}\text{C}$,反应时间为 3.5 小时。

4. 根据权利要求 1 所述的异烟酰胺的制备方法,其特征在于:步骤 2) 中,脱色反应的时间为 1 小时。

一种异烟酰胺的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及异烟酰胺的生产技术领域,尤其涉及一种异烟酰胺的制备方法。

背景技术

[0002] 异烟酰胺又名 4-吡啶甲酰胺,是一种重要的医药中间体,现有大多异烟酰胺的生产原料是 2-氰基吡啶,其价格昂贵,致使异烟酰胺的生产成本较高。而 4-氰基吡啶通过不同的生产工艺可获得异烟酸、异烟肼和异烟酰胺。采用水解法制备异烟酰胺是一种既节能又高效的生产工艺,但尚未有合理的实验条件能够满足这一条件,因此如何实现高效的值班异烟酰胺成为亟待解决的技术问题。

发明内容

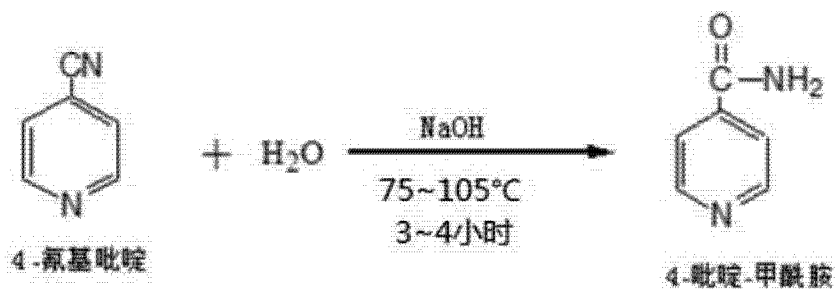
[0003] 本发明要解决的问题是提供一种异烟酰胺的制备方法,该方法是一种既节能又高效的生产工艺,主要是通过合理的配制比例,控制合理的反应温度等反应条件实现的。

[0004] 为解决上述技术问题,本发明采用的技术方案是:一种异烟酰胺的制备方法,包括如下制备步骤,

[0005] 1)、水解反应 将 4-氰基吡啶和纯化水加入四口瓶中,启动搅拌并开始加热,当四口瓶内的溶液升至 65 ~ 75℃,向四口瓶中滴加质量分数为 25 ~ 35%氢氧化钠溶液;滴加完毕后,控制反应温度为 75 ~ 105℃,反应时间为 3 ~ 4 小时;其中,使用的 4-氰基吡啶、氢氧化钠和纯化水的质量比为 1:0.013 ~ 0.020:1 ~ 2;

[0006] 水解反应的化学反应式如下:

[0007]



[0008] 2)、脱色反应

[0009] 向步骤 1) 反应后的溶液中加入活性炭,在 85 ~ 95℃下脱色 0.5 ~ 1.5 小时,其中 4-氰基吡啶与活性炭的质量比为 1:0.03 ~ 0.05;

[0010] 3)、结晶

[0011] 将步骤 2) 脱色后的溶液进行过滤,将过滤后的滤液倒入烧杯中,先用常温水进行降温,待结晶完全析出后,改为冷冻水进行降温,当烧杯内的液体温度降至 0 ~ 8℃后,进行甩滤,并用 0 ~ 8℃的纯化水冲洗,甩滤至无液体滴出为止;

[0012] 4)、烘干

[0013] 将步骤 3) 经过甩滤后的物料放置于真空干燥箱中,在 80-90℃下进行烘干,即得

到异烟酰胺成品。

[0014] 优选的,步骤 1) 中,当四口瓶内的溶液升至 70℃,向四口瓶中滴加质量分数为 30%氢氧化钠溶液。

[0015] 优选的,步骤 1) 中,滴加完毕后,控制反应温度为 90 ~ 95℃,反应时间为 3.5 小时。

[0016] 优选的,步骤 2) 中,脱色反应的时间为 1 小时。

[0017] 本发明具有的优点和积极效果是:使用本发明制备异烟酰胺,其生成物只有异烟酰胺,杂质含量极低,且收率高,大幅度的提高了产品的质量。在实际生产过程中,用蒸汽控制水解反应的升温 and 保温,结晶使用循环水降温,整个工艺流程中能耗大幅度降低,也有效的降低了生产成本。水解法反应在密闭的反应罐中进行,整个生产工艺的安全性大幅度提高。此工艺无污染,对环境不会造成影响,是生产异烟酰胺的一种即高效又环保的新方法。

附图说明

[0018] 图 1 是本发明中异烟酰胺的制备方法的工艺流程图;

[0019] 图 2 是实施例一中制备的产品的高效液相色谱谱图;

[0020] 图 3 是实施例二中制备的产品的高效液相色谱谱图;

[0021] 图 4 是实施例三中制备的产品的高效液相色谱谱图;

[0022] 图 5 是实施例四中制备的产品的高效液相色谱谱图;

[0023] 图 6 是实施例五中制备的产品的高效液相色谱谱图;

[0024] 图 7 是实施例六中制备的产品的高效液相色谱谱图;

[0025] 图 8 是实施例七中制备的产品的高效液相色谱谱图;

[0026] 图 9 是实施例八中制备的产品的高效液相色谱谱图;

[0027] 图 10 是实施例九中制备的产品的高效液相色谱谱图;

[0028] 图 11 是实施例十中制备的产品的高效液相色谱谱图;

[0029] 图 12 是实施例十一制备的产品的高效液相色谱图;

[0030] 图 13 是实施例十二制备的产品的高效液相色谱图;

具体实施方式

[0031] 实施例一

[0032] 一种异烟酰胺的制备方法,包括如下制备步骤,

[0033] 1)、水解反应 将 4- 氰基吡啶和纯化水加入四口瓶中,启动搅拌并开始加热,当四口瓶内的溶液升至 70℃,向四口瓶中滴加质量分数为 30%氢氧化钠溶液;滴加完毕后,控制反应温度为 90 ~ 95℃,反应时间为 3.5 小时;其中,使用的 4- 氰基吡啶、氢氧化钠和纯化水的质量比为 1:0.013:1.2,且 4- 氰基吡啶的质量为 100g;

[0034] 2)、脱色反应

[0035] 向步骤 1) 反应后的溶液中加入活性炭,在 85 ~ 95℃下脱色 0.5 ~ 1.5 小时,其中 4- 氰基吡啶与活性炭的质量比为 1:0.03;

[0036] 3)、结晶

[0037] 将步骤 2) 脱色后的溶液进行过滤,将过滤后的滤液倒入烧杯中,先用常温水进行

降温,待结晶完全析出后,改为冷冻水进行降温,当烧杯内的液体温度降至 5℃后,进行甩滤,用 5℃的纯化水冲洗,甩滤至无液体滴出为止;甩滤完毕后得湿品 132g,母液 180mL;

[0038] 4)、烘干

[0039] 将步骤 3) 经过甩滤后的湿品放置于真空干燥箱中,在 80-90℃下进行烘干,即得到异烟酰胺成品 111.7g。

[0040] 取样送检,其制备的异烟酰胺的主要理化指标为,异烟酰胺的含量:99.4%,水分:0.15%,熔点:156.5-157.5℃,外观:白色粉末,鉴别:合格,各项指标均已合格。异烟酰胺转化率:95.2%。

[0041] 实施例二

[0042] 一种异烟酰胺的制备方法,包括如下制备步骤,

[0043] 1)、水解反应 将 4- 氰基吡啶和纯化水加入四口瓶中,启动搅拌并开始加热,当四口瓶内的溶液升至 70℃,向四口瓶中滴加质量分数为 30%氢氧化钠溶液;滴加完毕后,控制反应温度为 90 ~ 95℃,反应时间为 3.5 小时;其中,使用的 4- 氰基吡啶、氢氧化钠和纯化水的质量比为 1:0.015:1.2,且 4- 氰基吡啶的质量为 100g;

[0044] 2)、脱色反应

[0045] 向步骤 1) 反应后的溶液中加入活性炭,在 85℃下脱色 1 小时,其中 4- 氰基吡啶与活性炭的质量比为 1:0.03;

[0046] 3)、结晶

[0047] 将步骤 2) 脱色后的溶液进行过滤,将过滤后的滤液倒入烧杯中,先用常温水进行降温,待结晶完全析出后,改为冷冻水进行降温,当烧杯内的液体温度降至 0℃后,进行甩滤,用 0℃纯化水少量冲洗,甩滤至无液体滴出为止,甩滤完毕后得湿品 134g,母液 180mL;

[0048] 4)、烘干

[0049] 将步骤 3) 经过甩滤后的湿品放置于真空干燥箱中,,在 80-90℃下进行烘干,即得到异烟酰胺成品 111.8g。

[0050] 取样送检,其制备的异烟酰胺的主要理化指标为,异烟酰胺的含量:99.4%,水分:0.12%,熔点:156.0-157.0℃,外观:白色粉末,鉴别:合格,各项指标均已合格。异烟酰胺转化率:95.3%。

[0051] 实施例三

[0052] 一种异烟酰胺的制备方法,包括如下制备步骤,

[0053] 1)、水解反应 将 4- 氰基吡啶和纯化水加入四口瓶中,启动搅拌并开始加热,当四口瓶内的溶液升至 70℃,向四口瓶中滴加质量分数为 25%氢氧化钠溶液;滴加完毕后,控制反应温度为 90 ~ 95℃,反应时间为 3.5 小时;其中,使用的 4- 氰基吡啶、氢氧化钠和纯化水的质量比为 1:0.020:1.2,且 4- 氰基吡啶的质量为 100g;

[0054] 2)、脱色反应

[0055] 向步骤 1) 反应后的溶液中加入活性炭,在 95℃下脱色 1 小时,其中 4- 氰基吡啶与活性炭的质量比为 1:0.03;

[0056] 3)、结晶

[0057] 将步骤 2) 脱色后的溶液进行过滤,将过滤后的滤液倒入烧杯中,先用常温水进行降温,待结晶完全析出后,改为冷冻水进行降温,当烧杯内的液体温度降至 3℃后,进行甩

滤,用 3℃纯化水少量冲洗,甩滤完毕后得湿品 130g,母液 188mL,甩滤至无液体滴出为止;

[0058] 4)、烘干

[0059] 将步骤 3) 经过甩滤后的物料放置于真空干燥箱中,在 80-90℃下进行烘干,即得到异烟酰胺成品。

[0060] 取样送检,其制备的异烟酰胺的主要理化指标为,异烟酰胺的含量:99.3%,水分:0.17%,熔点:156.5-157.5℃,外观:白色粉末,鉴别:合格,各项指标均已合格。异烟酰胺转化率:95.3%。

[0061] 实施例四

[0062] 一种异烟酰胺的制备方法,包括如下制备步骤,

[0063] 1)、水解反应 将 4- 氰基吡啶和纯化水加入四口瓶中,启动搅拌并开始加热,当四口瓶内的溶液升至 70℃,向四口瓶中滴加质量分数为 30%氢氧化钠溶液;滴加完毕后,控制反应温度为 75 ~ 80℃,反应时间为 3.5 小时;其中,使用的 4- 氰基吡啶、氢氧化钠和纯化水的质量比为 1:0.015:1.2,且 4- 氰基吡啶的质量为 100g;

[0064] 2)、脱色反应

[0065] 向步骤 1) 反应后的溶液中加入活性炭,在 90℃下脱色 1 小时,其中 4- 氰基吡啶与活性炭的质量比为 1:0.03;

[0066] 3)、结晶

[0067] 将步骤 2) 脱色后的溶液进行过滤,将过滤后的滤液倒入烧杯中,先用常温水进行降温,待结晶完全析出后,改为冷冻水进行降温,当烧杯内的液体温度降至 2℃后,进行甩滤,用 2℃纯化水少量冲洗,甩滤完毕后得湿品 129g,母液 190mL,甩滤至无液体滴出为止;

[0068] 4)、烘干

[0069] 将步骤 3) 经过甩滤后的物料放置于真空干燥箱中进行烘干,在 80-90℃下进行烘干,得到异烟酰胺成品 108.8g。

[0070] 取样送检,其制备的异烟酰胺的主要理化指标为,异烟酰胺的含量:99.4%,水分:0.28%,熔点:156.0-157.0℃,外观:白色粉末,鉴别:合格,各项指标均已合格。异烟酰胺转化率:92.7%。

[0071] 实施例五

[0072] 一种异烟酰胺的制备方法,包括如下制备步骤,

[0073] 1)、水解反应 将 4- 氰基吡啶和纯化水加入四口瓶中,启动搅拌并开始加热,当四口瓶内的溶液升至 70℃,向四口瓶中滴加质量分数为 30%氢氧化钠溶液;滴加完毕后,控制反应温度为 80 ~ 90℃,反应时间为 3.5 小时;其中,使用的 4- 氰基吡啶、氢氧化钠和纯化水的质量比为 1:0.015:1.2,且 4- 氰基吡啶的质量为 100g;

[0074] 2)、脱色反应

[0075] 向步骤 1) 反应后的溶液中加入活性炭,在 85℃下脱色 1 小时,其中 4- 氰基吡啶与活性炭的质量比为 1:0.03;

[0076] 3)、结晶

[0077] 将步骤 2) 脱色后的溶液进行过滤,将过滤后的滤液倒入烧杯中,先用常温水进行降温,待结晶完全析出后,改为冷冻水进行降温,当烧杯内的液体温度降至 4℃后,进行甩滤,用 4℃纯化水少量冲洗,甩滤完毕后得湿品 132g,母液 188mL,甩滤至无液体滴出为止;

[0078] 4)、烘干

[0079] 将步骤 3) 经过甩滤后的物料放置于真空干燥箱中, 在 80-90℃ 下进行烘干, 即得到异烟酰胺成品 109.3g。

[0080] 取样送检, 其制备的异烟酰胺的主要理化指标为, 异烟酰胺的含量 :99.3%, 水分 :0.21%, 熔点 :156.0-157.0℃, 外观 :白色粉末, 鉴别 :合格, 各项指标均已合格。异烟酰胺转化率 :93.2%。

[0081] 实施例六

[0082] 一种异烟酰胺的制备方法, 包括如下制备步骤,

[0083] 1)、水解反应 将 4- 氰基吡啶和纯化水加入四口瓶中, 启动搅拌并开始加热, 当四口瓶内的溶液升至 70℃, 向四口瓶中滴加质量分数为 30% 氢氧化钠溶液 ; 滴加完毕后, 控制反应温度为 90 ~ 95℃, 反应时间为 3.5 小时 ; 其中, 使用的 4- 氰基吡啶、氢氧化钠和纯化水的质量比为 1:0.015:1.2, 且 4- 氰基吡啶的质量为 100g ;

[0084] 2)、脱色反应

[0085] 向步骤 1) 反应后的溶液中加入活性炭, 在 85℃ 下脱色 1 小时, 其中 4- 氰基吡啶与活性炭的质量比为 1:0.03 ~ 0.05 ;

[0086] 3)、结晶

[0087] 将步骤 2) 脱色后的溶液进行过滤, 将过滤后的滤液倒入烧杯中, 先用常温水进行降温, 待结晶完全析出后, 改为冷冻水进行降温, 当烧杯内的液体温度降至 5℃ 后, 用 5℃ 纯化水少量冲洗, 甩滤完毕后得湿品 142g, 母液 204mL 进行甩滤, 甩滤至无液体滴出为止 ;

[0088] 4)、烘干

[0089] 将步骤 3) 经过甩滤后的物料放置于真空干燥箱中, 在 80-90℃ 下进行烘干, 即得到异烟酰胺成品 112.3。

[0090] 取样送检, 其制备的异烟酰胺的主要理化指标为, 异烟酰胺的含量 :99.6%, 水分 :0.20%, 熔点 :156.5-157.5℃, 外观 :白色粉末, 鉴别 :合格, 各项指标均已合格。异烟酰胺转化率 :95.73%。

[0091] 实施例七

[0092] 一种异烟酰胺的制备方法, 包括如下制备步骤,

[0093] 1)、水解反应 将 4- 氰基吡啶和纯化水加入四口瓶中, 启动搅拌并开始加热, 当四口瓶内的溶液升至 70℃, 向四口瓶中滴加质量分数为 30% 氢氧化钠溶液 ; 滴加完毕后, 控制反应温度为 95 ~ 100℃, 反应时间为 3.5 小时 ; 其中, 使用的 4- 氰基吡啶、氢氧化钠和纯化水的质量比为 1:0.015:1.2, 且 4- 氰基吡啶的质量为 100g ;

[0094] 2)、脱色反应

[0095] 向步骤 1) 反应后的溶液中加入活性炭, 在 85℃ 下脱色 1 小时, 其中 4- 氰基吡啶与活性炭的质量比为 1:0.03 ;

[0096] 3)、结晶

[0097] 将步骤 2) 脱色后的溶液进行过滤, 将过滤后的滤液倒入烧杯中, 先用常温水进行降温, 待结晶完全析出后, 改为冷冻水进行降温, 当烧杯内的液体温度降至 2℃ 后, 进行甩滤, 用 0 ~ 5℃ 纯化水少量冲洗, 甩滤完毕后得湿品 137g, 母液 202mL, 甩滤至无液体滴出为止 ;

[0098] 4)、烘干

[0099] 将步骤 3) 经过甩滤后的物料放置于真空干燥箱中, 在 80-90℃ 下进行烘干, 即得到异烟酰胺成品。

[0100] 取样送检, 其制备的异烟酰胺的主要理化指标为, 异烟酰胺的含量 :99.5%, 水分 :0.19%, 熔点 :156.0-157.0℃, 外观 :白色粉末, 鉴别 :合格, 各项指标均已合格。异烟酰胺转化率 :95.81%。

[0101] 实施例八

[0102] 一种异烟酰胺的制备方法, 包括如下制备步骤,

[0103] 1)、水解反应 将 4- 氰基吡啶和纯化水加入四口瓶中, 启动搅拌并开始加热, 当四口瓶内的溶液升至 70℃, 向四口瓶中滴加质量分数为 30% 氢氧化钠溶液 ; 滴加完毕后, 控制反应温度为 100 ~ 105℃, 反应时间为 3.5 小时 ; 其中, 使用的 4- 氰基吡啶、氢氧化钠和纯化水的质量比为 1:0.015:1.2, 且 4- 氰基吡啶的质量为 100g ;

[0104] 2)、脱色反应

[0105] 向步骤 1) 反应后的溶液中加入活性炭, 在 85℃ 下脱色 1 小时, 其中 4- 氰基吡啶与活性炭的质量比为 1:0.03 ;

[0106] 3)、结晶

[0107] 将步骤 2) 脱色后的溶液进行过滤, 将过滤后的滤液倒入烧杯中, 先用常温水进行降温, 待结晶完全析出后, 改为冷冻水进行降温, 当烧杯内的液体温度降至 5℃ 后, 进行甩滤, 用 5℃ 纯化水少量冲洗, 甩滤完毕后得湿品 130g, 母液 198mL, 甩滤至无液体滴出为止 ;

[0108] 4)、烘干

[0109] 将步骤 3) 经过甩滤后的物料放置于真空干燥箱中, 在 80-90℃ 下进行烘干, 即得到异烟酰胺成品。

[0110] 取样送检, 其制备的异烟酰胺的主要理化指标为, 异烟酰胺的含量 :99.4%, 水分 :0.22%, 熔点 :156.5-157.5℃, 外观 :白色粉末, 鉴别 :合格, 各项指标均已合格。异烟酰胺转化率 :94.2%。

[0111] 实施例九

[0112] 1. 一种异烟酰胺的制备方法, 包括如下制备步骤,

[0113] 1)、水解反应 将 4- 氰基吡啶和纯化水加入四口瓶中, 启动搅拌并开始加热, 当四口瓶内的溶液升至 70℃, 向四口瓶中滴加质量分数为 30% 氢氧化钠溶液 ; 滴加完毕后, 控制反应温度为 90 ~ 95℃, 反应时间为 3.5 小时 ; 其中, 使用的 4- 氰基吡啶、氢氧化钠和纯化水的质量比为 1:0.015:1.0, 且 4- 氰基吡啶的质量为 100g ;

[0114] 2)、脱色反应

[0115] 向步骤 1) 反应后的溶液中加入活性炭, 在 95℃ 下脱色 1 小时, 其中 4- 氰基吡啶与活性炭的质量比为 1:0.03 ;

[0116] 3)、结晶

[0117] 将步骤 2) 脱色后的溶液进行过滤, 将过滤后的滤液倒入烧杯中, 先用常温水进行降温, 待结晶完全析出后, 改为冷冻水进行降温, 当烧杯内的液体温度降至 5℃ 后, 进行甩滤, 用 5℃ 纯化水少量冲洗, 甩滤完毕后得湿品 121g, 母液 185mL 甩滤至无液体滴出为止 ;

[0118] 4)、烘干

[0119] 将步骤 3) 经过甩滤后的物料放置于真空干燥箱中, 在 80-90℃ 下进行烘干, 即得到异烟酰胺成品 110.3g。

[0120] 取样送检, 其制备的异烟酰胺的主要理化指标为, 异烟酰胺的含量 :99.2%, 水分 :0.18%, 熔点 :156.5-157.5℃, 外观 :白色粉末, 鉴别 :合格, 各项指标均已合格。异烟酰胺转化率 :94.0%。

[0121] 实施例十

[0122] 一种异烟酰胺的制备方法, 包括如下制备步骤,

[0123] 1)、水解反应 将 4- 氰基吡啶和纯化水加入四口瓶中, 启动搅拌并开始加热, 当四口瓶内的溶液升至 70℃, 向四口瓶中滴加质量分数为 30% 氢氧化钠溶液 ; 滴加完毕后, 控制反应温度为 90 ~ 95℃, 反应时间为 3.5 小时 ; 其中, 使用的 4- 氰基吡啶、氢氧化钠和纯化水的质量比为 1:0.015:1.5, 且 4- 氰基吡啶的质量为 100g ;

[0124] 2)、脱色反应

[0125] 向步骤 1) 反应后的溶液中加入活性炭, 在 85℃ 下脱色 1 小时, 其中 4- 氰基吡啶与活性炭的质量比为 1:0.03 ;

[0126] 3)、结晶

[0127] 将步骤 2) 脱色后的溶液进行过滤, 将过滤后的滤液倒入烧杯中, 先用常温水进行降温, 待结晶完全析出后, 改为冷冻水进行降温, 当烧杯内的液体温度降至 1℃ 后, 进行甩滤, 用 1℃ 纯化水少量冲洗, 甩滤完毕后得湿品 136g, 母液 252mL, 甩滤至无液体滴出为止 ;

[0128] 4)、烘干

[0129] 将步骤 3) 经过甩滤后的物料放置于真空干燥箱中, 在 80-90℃ 下进行烘干, 即得到异烟酰胺成品 110.0g。

[0130] 取样送检, 其制备的异烟酰胺的主要理化指标为, 异烟酰胺的含量 :99.5%, 水分 :0.15%, 熔点 :156.5-157.5℃, 外观 :白色粉末, 鉴别 :合格, 各项指标均已合格。异烟酰胺转化率 :93.8%。

[0131] 实施例十一

[0132] 1. 一种异烟酰胺的制备方法, 包括如下制备步骤,

[0133] 1)、水解反应 将 4- 氰基吡啶和纯化水加入四口瓶中, 启动搅拌并开始加热, 当四口瓶内的溶液升至 70℃, 向四口瓶中滴加质量分数为 30% 氢氧化钠溶液 ; 滴加完毕后, 控制反应温度为 90 ~ 95℃, 反应时间为 3.5 小时 ; 其中, 使用的 4- 氰基吡啶、氢氧化钠和纯化水的质量比为 1:0.015:1.8, 且 4- 氰基吡啶的质量为 100g ;

[0134] 2)、脱色反应

[0135] 向步骤 1) 反应后的溶液中加入活性炭, 在 90℃ 下脱色 1 小时, 其中 4- 氰基吡啶与活性炭的质量比为 1:0.03 ;

[0136] 3)、结晶

[0137] 将步骤 2) 脱色后的溶液进行过滤, 将过滤后的滤液倒入烧杯中, 先用常温水进行降温, 待结晶完全析出后, 改为冷冻水进行降温, 当烧杯内的液体温度降至 3℃ 后, 进行甩滤, 用 3℃ 纯化水少量冲洗, 甩滤完毕后得湿品 135g, 母液 295mL, 甩滤至无液体滴出为止 ;

[0138] 4)、烘干

[0139] 将步骤 3) 经过甩滤后的物料放置于真空干燥箱中, 在 80-90℃ 下进行烘干, 即得

到异烟酰胺成品 108.8g。

[0140] 取样送检,其制备的异烟酰胺的主要理化指标为,异烟酰胺的含量:99.5%,水分:0.21%,熔点:156.5-157.5℃,外观:白色粉末,鉴别:合格,各项指标均已合格。异烟酰胺转化率:92.7%。

[0141] 实施例十二

[0142] 一种异烟酰胺的制备方法,包括如下制备步骤,

[0143] 1)、水解反应 将 4-氰基吡啶和纯化水加入四口瓶中,启动搅拌并开始加热,当四口瓶内的溶液升至 70℃,向四口瓶中滴加质量分数为 30%氢氧化钠溶液;滴加完毕后,控制反应温度为 90~95℃,反应时间为 3.5 小时;其中,使用的 4-氰基吡啶、氢氧化钠和纯化水的质量比为 1:0.015:2.0,且 4-氰基吡啶的质量为 100g;

[0144] 2)、脱色反应

[0145] 向步骤 1) 反应后的溶液中加入活性炭,在 90℃下脱色 1 小时,其中 4-氰基吡啶与活性炭的质量比为 1:0.03;

[0146] 3)、结晶

[0147] 将步骤 2) 脱色后的溶液进行过滤,将过滤后的滤液倒入烧杯中,先用常温水进行降温,待结晶完全析出后,改为冷冻水进行降温,当烧杯内的液体温度降至 3℃后,进行甩滤,用 3℃纯化水少量冲洗,甩滤完毕后得湿品 130g,母液 331mL,甩滤至无液体滴出为止;

[0148] 4)、烘干

[0149] 将步骤 3) 经过甩滤后的物料放置于真空干燥箱中,在 80-90℃下进行烘干,即得到异烟酰胺成品 108.8g。

[0150] 取样送检,其制备的异烟酰胺的主要理化指标为,异烟酰胺的含量:99.3%,水分:0.24%,熔点:156.0-157.0℃,外观:白色粉末,鉴别:合格,各项指标均已合格。异烟酰胺转化率:89.3%。

[0151] 以上对本发明的实施例进行了详细说明,但所述内容仅为本发明的较佳实施例,不能被认为用于限定本发明的实施范围。凡依本发明范围所作的均等变化与改进等,均应仍归属于本专利涵盖范围之内。

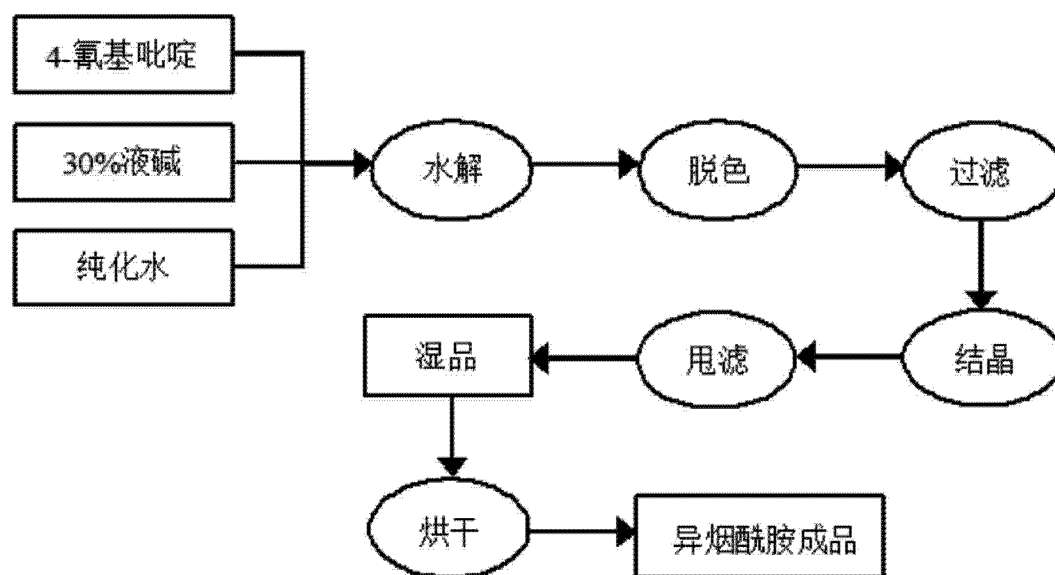


图 1

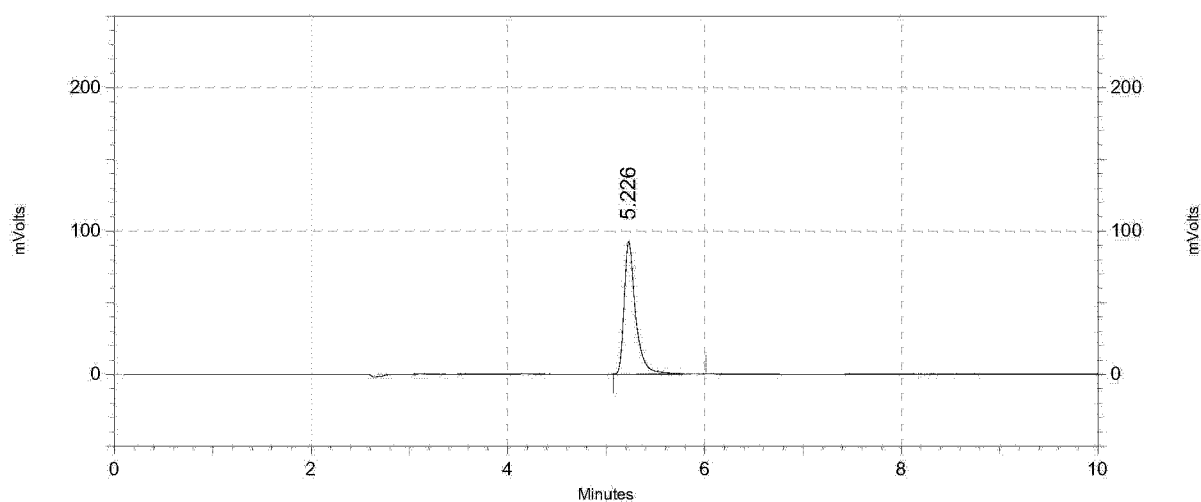


图 2

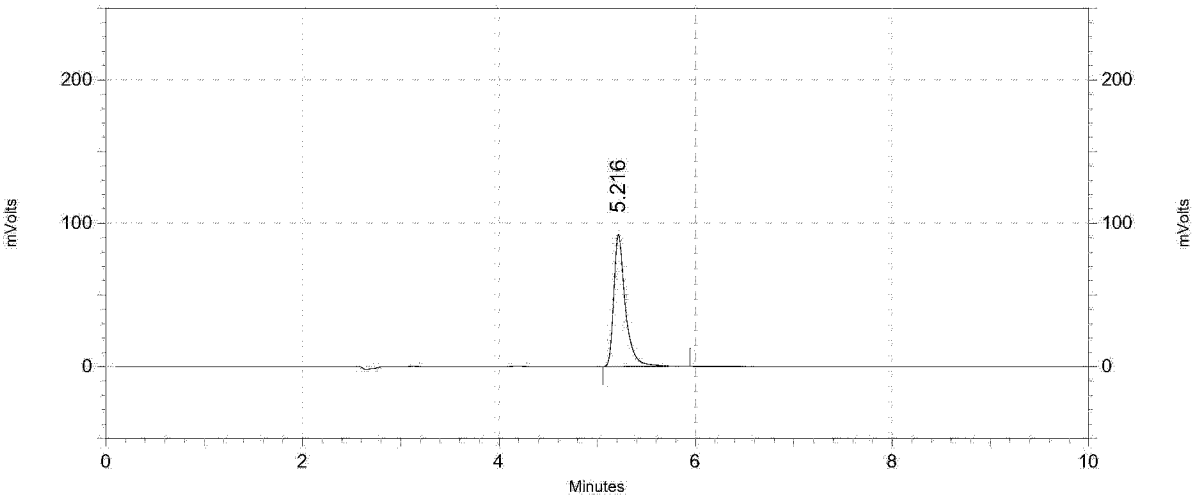


图 3

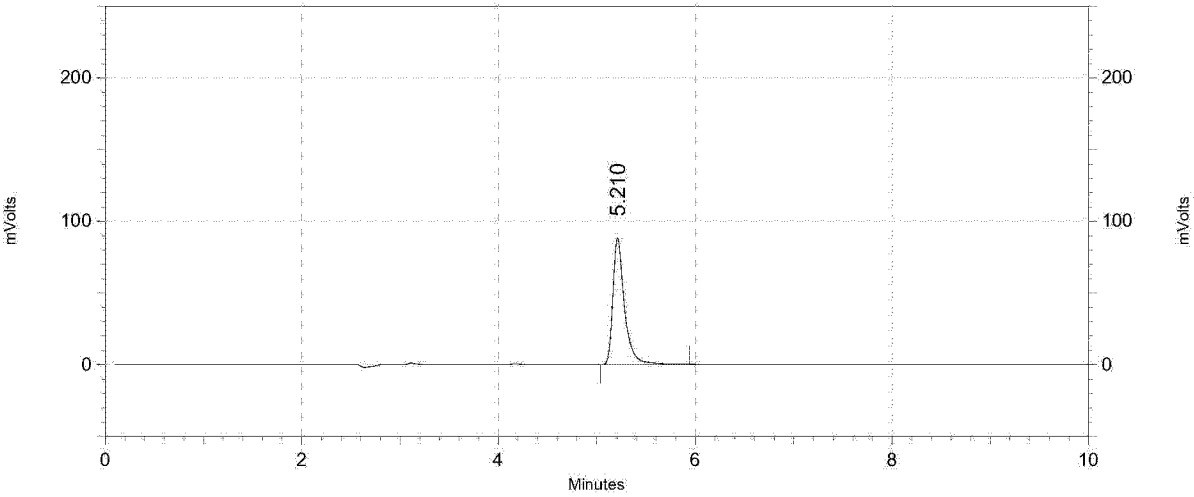


图 4

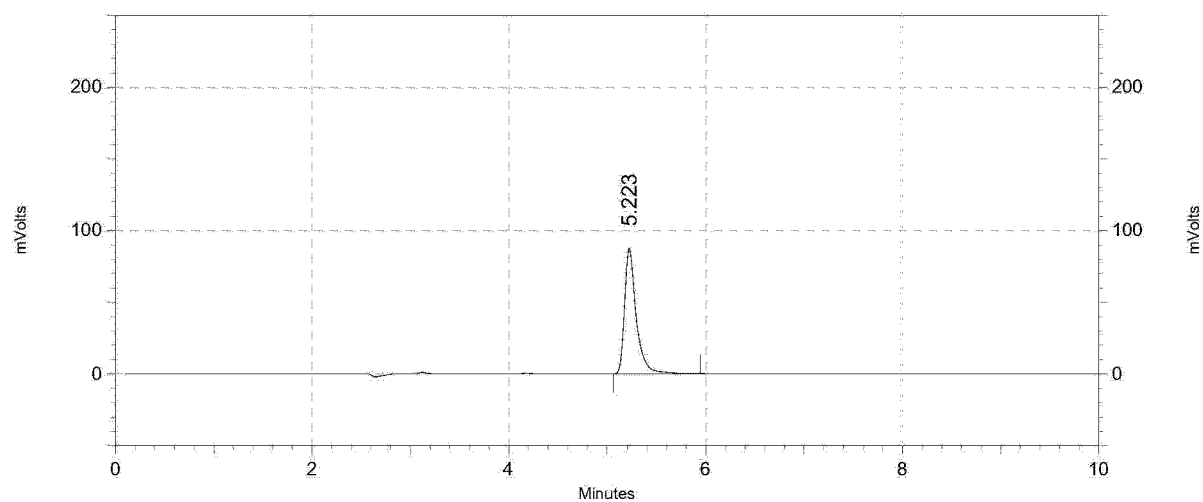


图 5

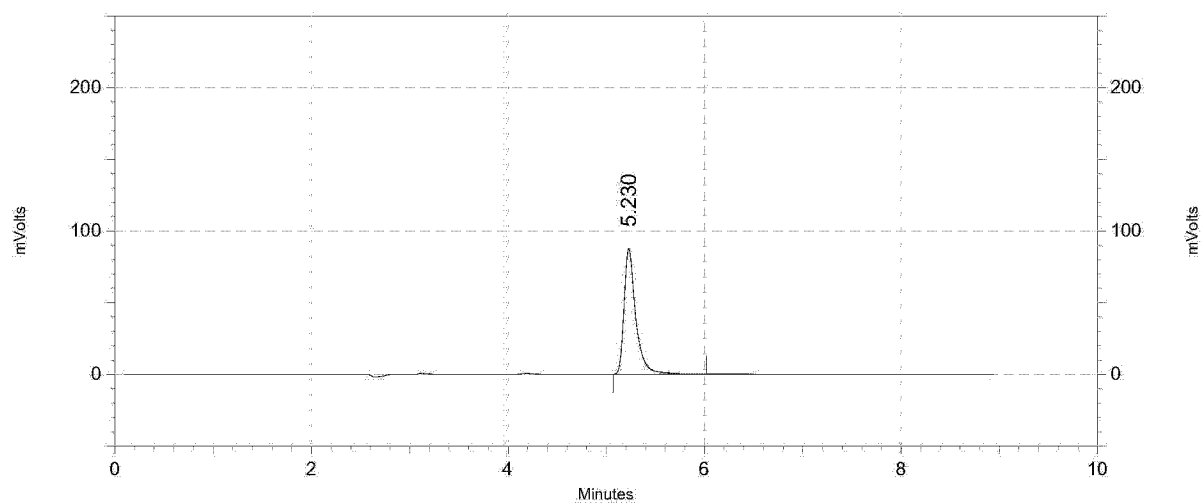


图 6

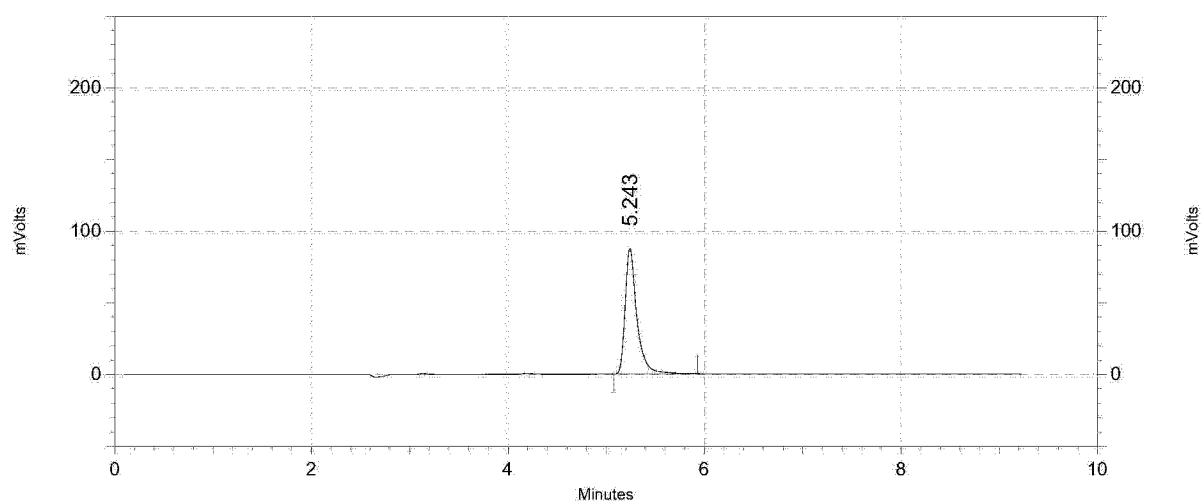


图 7

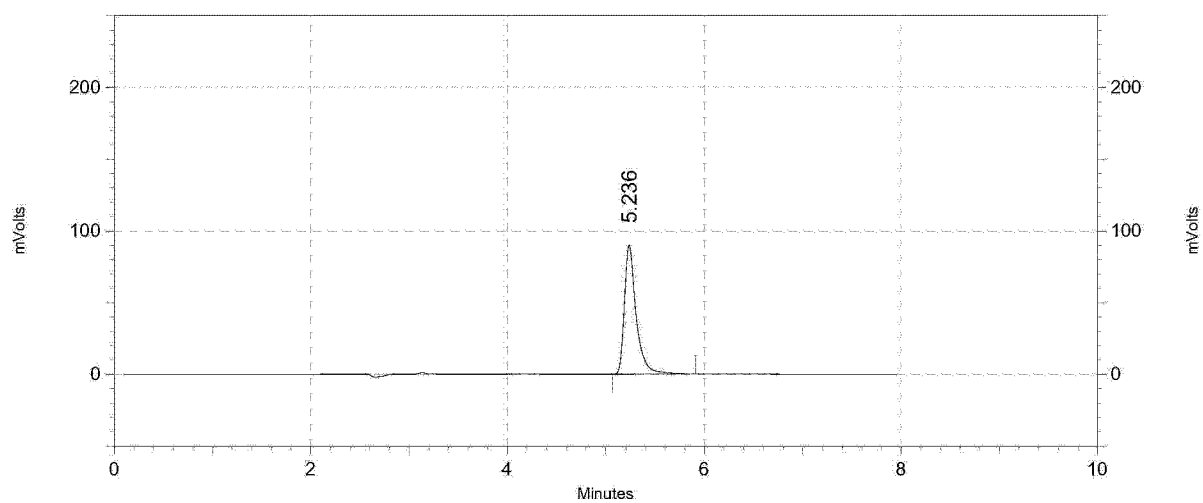


图 8

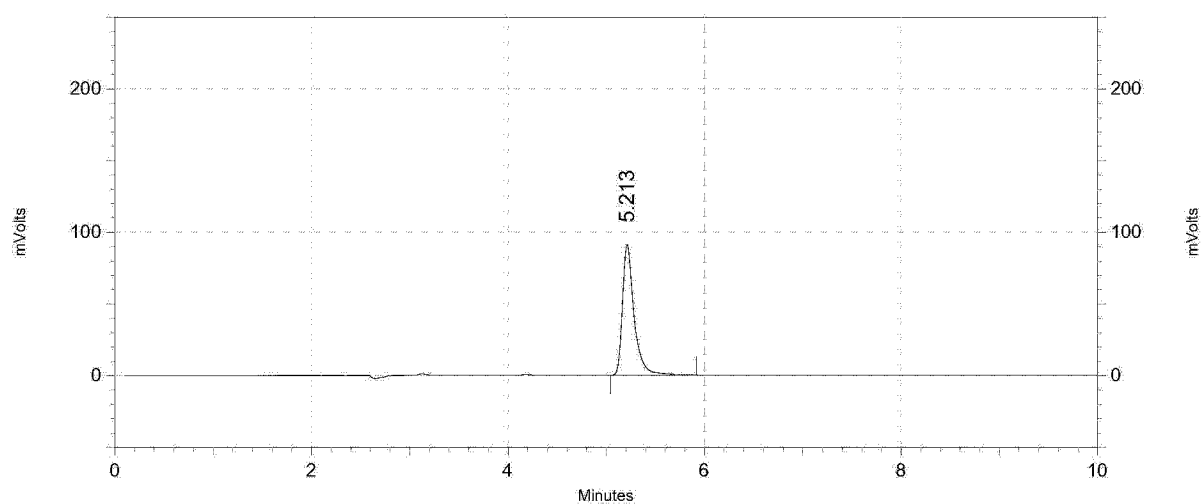


图 9

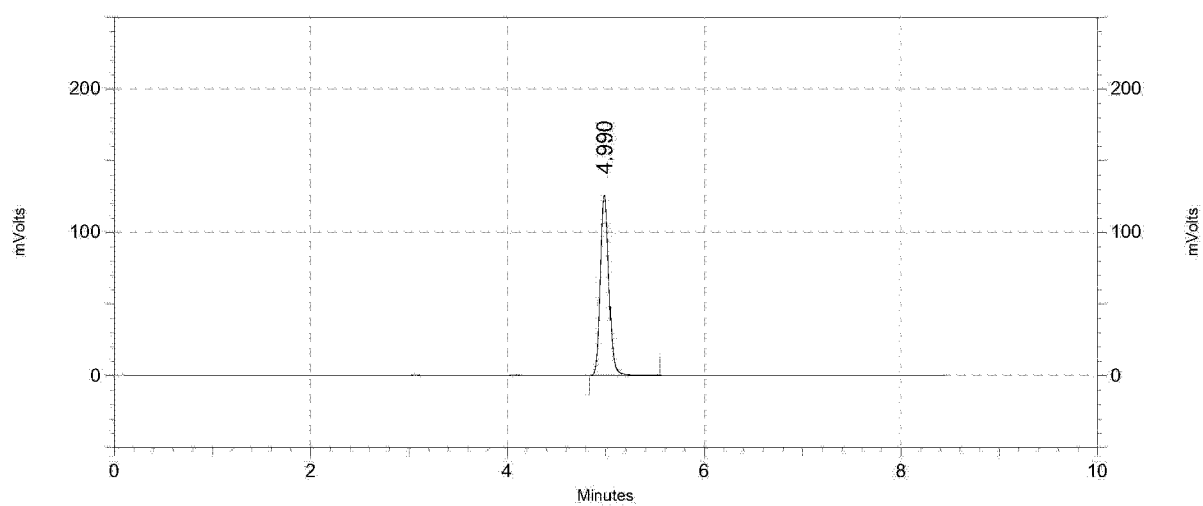


图 10

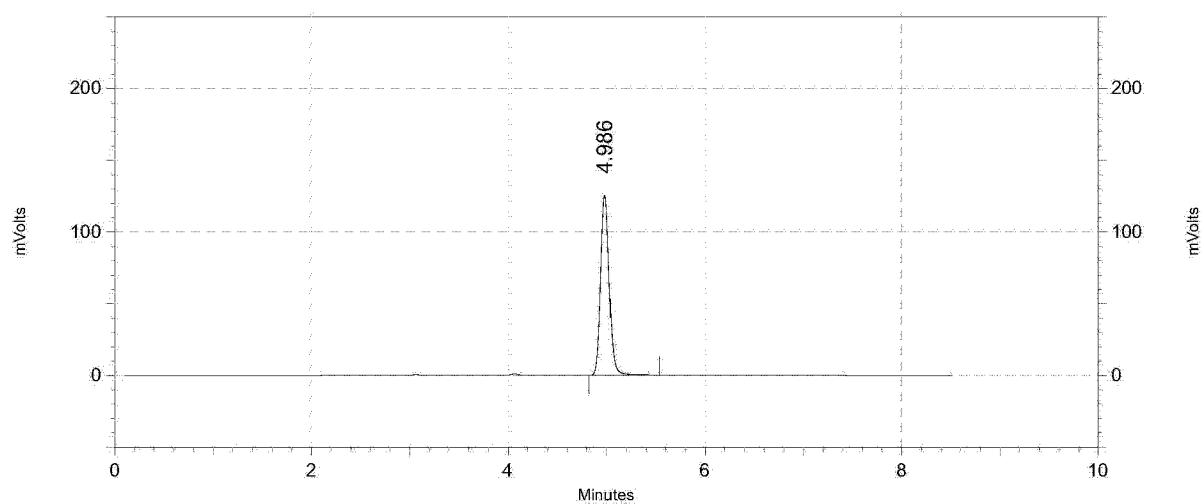


图 11

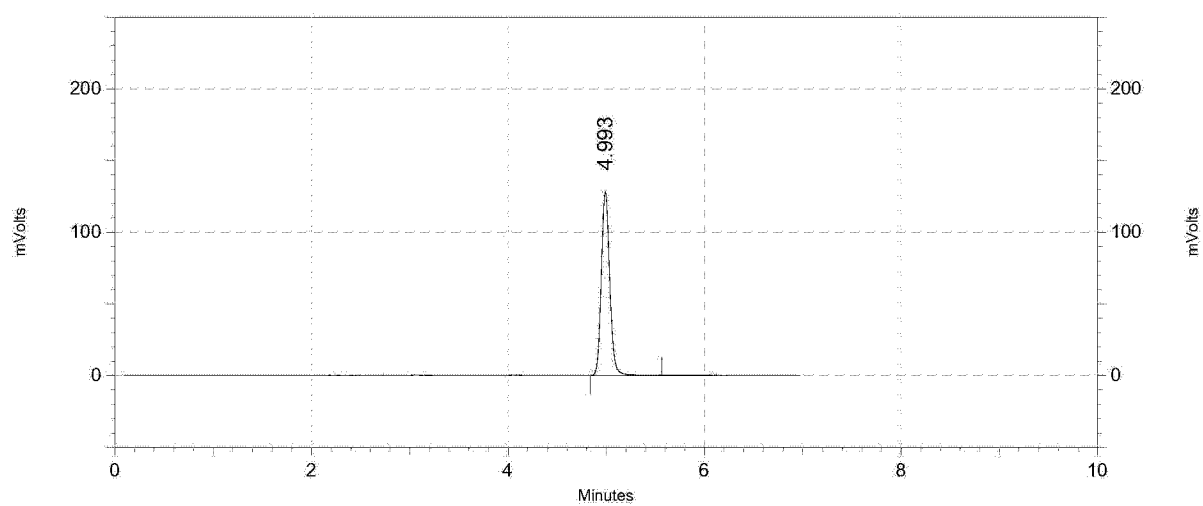


图 12

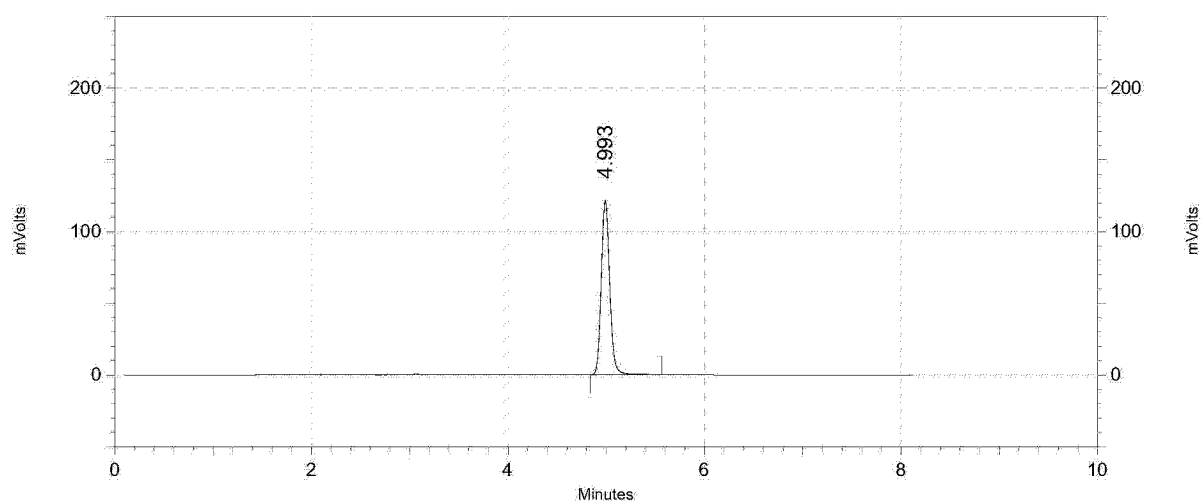


图 13