



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2018-0128018
(43) 공개일자 2018년11월30일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C07C 51/09 (2006.01) *B01J 29/40* (2006.01)
C07C 51/44 (2006.01) *C07C 51/50* (2006.01)
C07C 57/04 (2006.01) *C07D 305/12* (2006.01)
C08F 20/06 (2006.01)
- (52) CPC특허분류
C07C 51/09 (2013.01)
B01J 29/40 (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2018-7030170
- (22) 출원일자(국제) 2017년03월21일
 심사청구일자 없음
- (85) 번역문제출일자 2018년10월18일
- (86) 국제출원번호 PCT/US2017/023302
- (87) 국제공개번호 WO 2017/165344
 국제공개일자 2017년09월28일
- (30) 우선권주장
 62/311,262 2016년03월21일 미국(US)

- (71) 출원인
노보머, 인코포레이티드
 미국 매사추세츠주 02114 보스턴 스위트 300 보우
 도인 스퀘어 1
- (72) 발명자
수크라즈 사테쉬 에이치.
 미국 매사추세츠주 02114 보스턴 스위트 300 보우
 도인 스퀘어 1 노보머, 인코포레이티드
- (74) 대리인
장훈

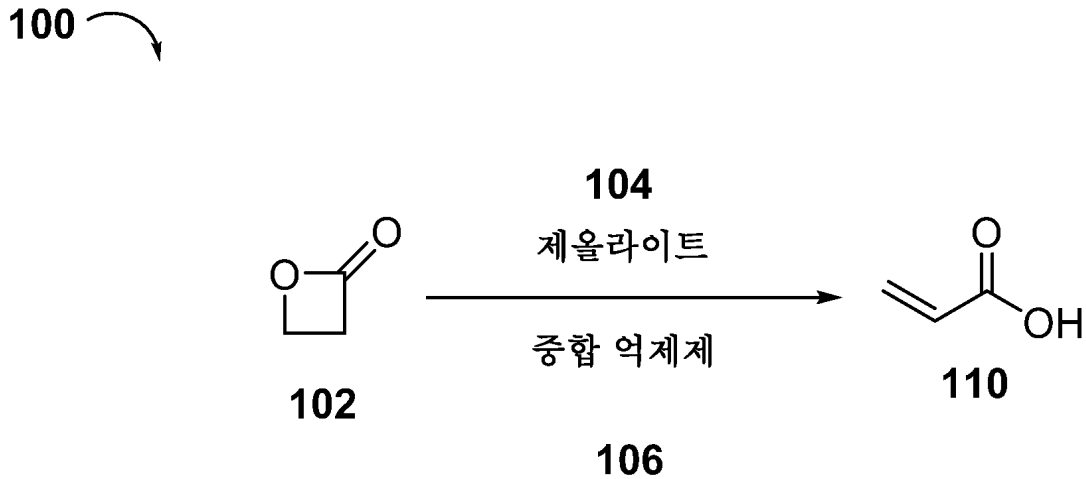
전체 청구항 수 : 총 19 항

(54) 발명의 명칭 **아크릴산, 및 이의 제조 방법**

(57) 요약

베타-프로피오락톤으로부터 아크릴산을 제조하는 방법이 본원에 제공된다. 이러한 방법은 제올라이트와 같은 불균질 촉매의 용도를 포함할 수 있다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

C07C 51/44 (2013.01)

C07C 51/50 (2013.01)

C07C 57/04 (2013.01)

C07D 305/12 (2013.01)

C08F 20/06 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

베타-프로피오락톤, 제올라이트, 및 중합 억제제를 배합하는 단계; 및 상기 베타-프로피오락톤의 적어도 일부로부터 아크릴산을 제조하는 단계를 포함하는 베타-프로피오락톤으로부터 아크릴산을 제조하는 방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 제올라이트가 산성 제올라이트인, 방법.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서, 상기 제올라이트가 제올라이트 Y 또는 제올라이트 ZSM-5, 또는 이의 조합인, 방법.

청구항 4

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 중합 억제제가 페노티아진인, 방법.

청구항 5

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 베타-프로피오락톤이 1.5 g/min 미만의 속도로 제공되는, 방법.

청구항 6

제5항에 있어서, 상기 베타-프로피오락톤이 0.75 g/min 내지 1.25 g/min의 속도로 제공되는, 방법.

청구항 7

제1항 내지 제6항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 제조된 아크릴산이 연속적으로 단리되는, 방법.

청구항 8

제1항 내지 제7항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 아크릴산이 적어도 50%의 수율로 제조되는, 방법.

청구항 9

제1항 내지 제8항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 아크릴산이 170℃ 내지 200℃의 온도에서 제조되는, 방법.

청구항 10

제1항 내지 제9항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 베타-프로피오락톤, 상기 중합 억제제, 및 상기 제올라이트가 용매와 추가로 배합되는, 방법.

청구항 11

제10항에 있어서, 상기 용매가 극성 비양성자성 용매를 포함하는, 방법.

청구항 12

제10항에 있어서, 상기 용매가 설폴란을 포함하는, 방법.

청구항 13

제1항 내지 제12항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 제조된 아크릴산이 95% 초과 순도를 갖는, 방법.

청구항 14

제1항 내지 제13항 중 어느 한 항에 있어서, 아크릴산을 단리함을 추가로 포함하는, 방법.

청구항 15

제14항에 있어서, 상기 아크릴산이 증류로 단리되는, 방법.

청구항 16

제1항 내지 제15항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 베타-프로피오락톤이 에틸렌 옥사이드 및 일산화탄소로부터 제조되는, 방법.

청구항 17

제1항 내지 제16항 중 어느 한 항에 따른 방법에 따라 제조된 아크릴산을 가교결합제의 존재하에 중합하여 초흡수성 중합체를 제조함을 포함하는, 초흡수성 중합체의 제조 방법.

청구항 18

하나 이상의 입구 및 증기 포트를 포함하는 반응기, 및

수집 용기

를 포함하는 시스템으로서,

여기서, 상기 반응기의 상기 하나 이상의 입구가 베타-프로피오락톤, 제올라이트, 및 중합 억제제를 수용하기 위해 배치되고,

여기서, 상기 반응기가, 상기 수용된 베타-프로피오락톤의 적어도 일부로부터 아크릴산 증기를 제조하고 상기 제조된 아크릴산 증기의 적어도 일부를 연속적으로 스트리핑(strip off)하기 위해, 배치되고,

여기서, 상기 증기 포트가 상기 아크릴산 증기의 적어도 일부를 상기 수집 용기에 통과시키기 위해 배치되는, 시스템.

청구항 19

제18항에 있어서, 산/염기 스크러버를 추가로 포함하는, 시스템.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 관련 출원의 교차-참조

[0002] 본 출원은 2016년 3월 21일에 출원된 미국 가특허 출원 번호 62/311,262에 대한 우선권을 주장하고, 이의 전문은 참조로서 본원에 포함된다.

[0003] 분야

[0004] 본 발명의 개시내용은 일반적으로 아크릴산의 제조, 및 보다 특히, 베타-프로피오락톤으로부터 아크릴산의 제조에 관한 것이다.

배경 기술

[0005] 배경

[0006] 아크릴산(AA)의 제조 및 용도는 최근 수십 년 동안 폴리아크릴산-계 초흡수성 중합체(SAP; superabsorbent polymer)에 대한 수요가 증가함에 따라 유의하게 성장하였다. SAP는 기저귀, 성인용 요실금 용품, 및 여성 위생 용품의 제조를 위해서 뿐만 아니라 농업적 적용에서 광범위하게 사용된다.

[0007] 현재, 시판되는 아크릴산은 전형적으로 프로필렌 산화로부터 유도된다. 프로필렌은 주로 정유의 생성물이고, 이의 가격 및 이용가능성은 원유 가격에 밀접하게 관련이 있다. 이 때문에, 아크릴산 가격은 최근 몇년 동안 극적으로 증가하였다. 따라서, 아크릴산을 합성하는 대안적인 방법이 당해 기술 분야에서 필요하다.

발명의 내용

[0008] 간단한 요지

[0009] 베타-프로피오락톤으로부터 아크릴산의 제조 방법이 본원에 제공된다. 일부 양상에서, 베타-프로피오락톤, 불균질 촉매, 중합 억제제, 및 임의로 용매를 배합하고; 상기 베타-프로피오락톤의 적어도 일부로부터 아크릴산을 제조하여 베타-프로피오락톤으로부터 아크릴산을 제조하는 방법이 제공된다. 일부 실시형태에서, 불균질 촉매는 제올라이트이다. 일부 변형에서, 제올라이트는 산성 제올라이트이다.

도면의 간단한 설명

[0010] 본 출원은 수반되는 도면과 함께 하기 설명을 참조하여 가장 잘 이해할 수 있고, 여기서, 유사한 부분은 유사한 수치로 언급될 수 있다.

도 1은 제올라이트 및 중합 억제제의 존재하에 베타-프로피오락톤으로부터 아크릴산을 제조하는 예시적인 방법을 도시한다.

도 2는 본원에 기재된 방법에 따라 베타-프로피오락톤으로부터 아크릴산을 제조하기 위한 예시적인 반응 시스템을 도시한다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0011] 상세한 설명

[0012] 하기 설명은 예시적인 방법, 파라미터 등을 열거한다. 그러나, 이러한 설명이 본 발명의 개시내용의 범위를 제한하는 것을 의도하지 않고, 대신에 예시적인 실시형태의 설명으로서 제공된다는 것을 인지하여야 한다.

[0013] 제올라이트와 같은 불균질 촉매를 사용하여 베타-프로피오락톤으로부터 아크릴산을 제조하는 방법이 본원에 제공된다. 이러한 방법은 원-포트(one-pot) 반응으로 베타-프로피오락톤으로부터 아크릴산을 제조한다. 이러한 방법은 또한 폴리프로피오락톤 및 폴리아크릴산과 같은, 형성될 수 있는 다른 생성물을 최소화하여 아크릴산을 고수율로 제조한다.

[0014] 일부 양상에서, 베타-프로피오락톤, 제올라이트, 및 중합 억제제를 배합하고; 상기 베타-프로피오락톤의 적어도 일부로부터 아크릴산을 제조하여 베타-프로피오락톤으로부터 아크릴산을 제조하는 방법을 제공한다. 예를 들면, 도 1을 참조하여, 공정(100)은 아크릴산을 제조하기 위한 예시적인 공정이다. 베타-프로피오락톤(102)을 제올라이트(104) 및 중합 억제제(106)와 배합하여 아크릴산(110)을 제조한다. 일부 변형에서, 공정(100)은 니트(neat)로 수행한다. 다른 변형에서, 공정(100)은 용매의 존재하에 수행된다. 일부 실시형태에서, 상기 방법은 추가로 제조된 아크릴산을 연속적으로 단리함을 포함한다. 일부 변형에서, 아크릴산은 종류에 의해 단리된다.

[0015] 베타-프로피오락톤, 촉매, 중합 억제제, 용매 및 반응 조건, 뿐만 아니라 제조된 아크릴산을, 추가로 하기에 상세하게 설명한다.

[0016] 베타-프로피오락톤 (BPL)

[0017] 일부 실시형태에서, 본원에 기재된 방법에서 사용된 베타-프로피오락톤은 에폭사이드 카보닐화에 의해 제조될 수 있다. 예를 들면, 베타-프로피오락톤은 산화에틸렌 및 일산화탄소로부터 카보닐화 반응을 통해 제조될 수 있다. 예를 들면, WO2010/118128을 참조한다. 하나의 변형에서, 베타-프로피오락톤은 산화에틸렌과 일산화탄소를 카보닐화 촉매 및 임의로 용매의 존재하에 반응시켜 제조한다.

[0018] 적합한 카보닐화 촉매는, 예를 들면, WO 2010/118128에 기재된다. 예를 들면, 카보닐화 촉매는 [(TPP)Al][Co(CO)₄], [(CITPP)Al][Co(CO)₄], [(TPP)Cr][Co(CO)₄], [(CITPP)Cr][Co(CO)₄], [(salcy)Cr][Co(CO)₄], [(salph)Cr][Co(CO)₄], 또는 [(salph)Al][Co(CO)₄]를 포함한다. 일반적으로 "TPP"는 테트라페닐포르피린을 언급하고; "CITPP"는 메소-테트라(4-클로로페닐)포르피린을 언급하고; "salcy"는 (N,N'-비

스(3,5-디-3급-부틸살리실리덴)-1,2-디아미노사이클로헥산)을 언급하고; "salph"는 (N,N'-비스(살리실리덴)-o-페닐렌디아민)을 언급하는 것으로 이해하여야 한다.

- [0019] 일부 변형에서, 베타-프로피오락톤을 일산화탄소의 초기 압력을 갖는 반응에 첨가한다. 다른 변형에서, 상기 방법은 연속적이고, 어떠한 초기 압력도 베타-프로피오락톤을 첨가하는데 요구되지 않는다.
- [0020] 촉매
- [0021] 일부 실시형태에서, 베타-프로피오락톤의 아크릴산으로의 전환에서 사용된 촉매는 불균질 촉매이다. 특정 변형에서, 촉매는 제올라이트이다. 하나의 변형에서, 촉매는 산성 제올라이트이다. 예를 들면, 제올라이트는 제올라이트 Y 또는 제올라이트 ZSM-5일 수 있다.
- [0022] 특정 변형에서, 제올라이트는 제올라이트 Y 하이드로젠 분말 형태이다. 하나의 변형에서, 제올라이트 Y 하이드로젠은 80:1 몰 비 SiO₂/Al₂O₃을 갖고, 780 m²/g의 분말 표면적을 갖는다.
- [0023] 제올라이트를 사용 전에 임의의 적합한 방법 또는 당해 기술 분야에 공지된 기술(예를 들면, 열 및/또는 진공을 사용함)을 사용하여 건조할 수 있다.
- [0024] 본원에 기재된 촉매 중 어느 것의 조합도 사용할 수 있다.
- [0025] 중합 억제제
- [0026] 일부 실시형태에서, 베타-프로피오락톤의 아크릴산으로의 전환에서 사용되는 중합 억제제는 라디칼 중합 억제제이다. 적합한 중합 억제제는, 예를 들면, 페노티아진을 포함할 수 있다.
- [0027] 용매
- [0028] 본원에 기재된 방법의 일부 실시형태에서, 베타-프로피오락톤의 아크릴산으로의 전환을 니트(neat)로 수행한다. 다른 실시형태에서, 베타-프로피오락톤의 아크릴산으로의 전환을 용매의 존재하에 수행한다.
- [0029] 일부 변형에서, 선택된 용매는 (i) 베타-프로피오락톤을 용해하거나, 적어도 부분적으로 용해하고, 그러나, 베타-프로피오락톤과 반응하지 않거나, 최소로 반응하거나; 또는 선택된 용매는 (ii) 고비점을 가져서 제조된 아크릴산이, 용매가 반응기 내에 머무르면서, 증류될 수 있거나, 또는 (i) 및 (ii)를 겸비한다. 특정 변형에서, 용매는 극성 비양성자성 용매이다. 예를 들면, 용매는 고비점 극성 비양성자성 용매일 수 있다. 하나의 변형에서, 용매는 설펴란을 포함한다.
- [0030] 사용된 용매의 양은 첨가된 베타-프로피오락톤의 계량 및 반응 혼합물 중 시약의 전체 농도를 밸런싱하기 위해 가변적일 수 있다. 예를 들면, 하나의 변형에서, 반응에서 베타-프로피오락톤 대 용매의 비는 약 1 : 1이다.
- [0031] 용매는 사용 전에 임의의 적합한 방법 또는 당해 기술 분야에 공지된 기술을 사용하여 건조할 수 있다.
- [0032] 본원에 기재된 용매 중 어느 것의 조합도 사용할 수 있다.
- [0033] 프로세싱 조건
- [0034] 본원에 기재된 방법은 배치식으로(batch-wise) 또는 연속적으로 수행될 수 있다. 다양한 인자가 본원에 기재된 방법에 따른 베타-프로피오락톤의 아크릴산으로의 전환에 영향을 줄 수 있다.
- [0035] 예를 들면, 베타-프로피오락톤의 첨가 속도가 아크릴산의 수율에 영향을 줄 수 있다. 일부 변형에서, 상기 방법은 추가로 베타-프로피오락톤의 첨가 속도 제어를 포함한다. 더 느린 베타-프로피오락톤의 첨가 속도는 예기치 않게 제조된 아크릴산의 수율을 증가시키는 것으로 관찰되었다. 본원에 기재된 방법의 일부 변형에서, 베타-프로피오락톤은 1.5 g/min 미만, 1.4 g/min 미만, 1.3 g/min 미만, 1.2 g/min 미만, 1.1 g/min 미만, 1 g/min 미만, 0.9 g/min 미만, 또는 0.8 g/min 미만; 또는 0.5 g/min 내지 1.5 g/min, 또는 0.75 g/min 내지 1.25 g/min; 또는 약 1 g/min의 속도로 제공된다.
- [0036] 더 느린 베타-프로피오락톤의 첨가 속도는 또한 예기치 않게 다른 형성된 생성물, 예를 들면, 폴리프로피오락톤 및 폴리아크릴산의 양을 감소시키는 것으로 관찰되었다. 일부 변형에서, 상기 방법은 추가로 베타-프로피오락톤의 적어도 일부로부터 폴리프로피오락톤의 생성을 최소화하거나 억제함을 포함한다. 하나의 변형에서, 폴리프로피오락톤이 거의 생성되지 않거나 전혀 생성되지 않는다. 상기 사항과 조합될 수 있는 다른 변형에서, 상기 방법은 추가로 제조된 아크릴산의 적어도 일부로부터 폴리아크릴산의 제조를 최소화하거나 억제함을 포함한다. 하나의 변형에서, 폴리아크릴산이 거의 생성되지 않거나 전혀 생성되지 않는다.

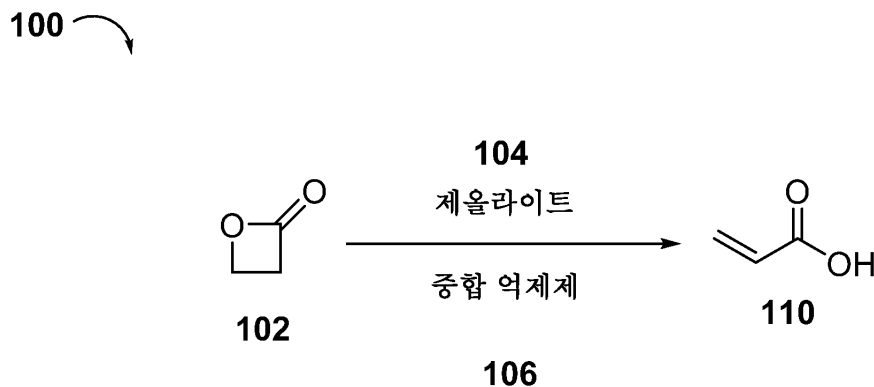
- [0037] 첨가된 베타-프로피오락톤의 양은 임의의 적합한 방법 또는 당해 기술 분야에서의 기술에 의해 계량되어 첨가될 수 있다. 예를 들면, 베타-프로피오락톤을 니들 밸브를 통해 반응기 내로 서서히 첨가하거나 계량할 수 있다.
- [0038] 제조된 아크릴산의 제거는 또한 아크릴산의 수율에 영향을 줄 수 있다. 제조된 아크릴산의 스트리핑(striping off)은 또한 예기치 않게 제조된 아크릴산의 수율을 증가시키는 것으로 관찰되었다. 일부 변형에서, 상기 방법은 추가로 제조된 아크릴산의 적어도 일부를 스트리핑함을 포함한다(예를 들면, 증류에 의해). 상기한 사항의 특정한 변형에서, 제조된 아크릴산의 적어도 일부를 스트리핑하는 것은 아크릴산의 중합, 이에 따른, 폴리아크릴산의 형성을 최소화한다.
- [0039] 일부 실시형태에서, 아크릴산은 제조된 아크릴산의 적어도 일부를 스트리핑하는 압력에서 제조될 수 있다. 예를 들면, 하나의 변형에서, 상기 방법은 100 mmHg의 대기압 아래 압력에서 수행될 수 있다. 다른 변형에서, 진공이 200 내지 20 mm Hg의 범위로 적용될 수 있다.
- [0040] 아크릴산은 승온에서 본원에 기재된 방법에 따라 제조될 수 있다. 일부 실시형태에서, 온도는 적어도 100°C, 적어도 105°C, 적어도 110°C, 적어도 115°C, 적어도 120°C, 적어도 125°C, 적어도 130°C, 적어도 135°C, 적어도 140°C, 적어도 145°C, 적어도 150°C, 적어도 155°C, 적어도 160°C, 적어도 165°C, 적어도 170°C, 적어도 175°C, 적어도 180°C, 적어도 185°C, 적어도 190°C, 적어도 195°C, 적어도 200°C, 적어도 205°C, 적어도 210°C, 적어도 215°C, 또는 적어도 220°C; 또는 100°C 내지 220°C, 또는 170°C 내지 200°C이다. 일부 변형에서, 상기 방법이 수행되는 반응기는 본원에 기재된 온도로 가열된다. 다른 변형에서, 베타-프로피오락톤, 중합 억제제, 촉매, 및/또는 용매는 반응기에 본원에 기재된 온도에서 제공된다.
- [0041] 아크릴산
- [0042] 본원에 기재된 방법의 일부 실시형태에서, 아크릴산은 적어도 50%, 적어도 55%, 적어도 60%, 적어도 65%, 적어도 70%, 적어도 75%, 적어도 80%, 적어도 85%, 적어도 90%, 또는 적어도 95%의 수율로 제조된다.
- [0043] 본원에 기재된 방법의 일부 실시형태에서, 제조된 아크릴산은 적어도 95%, 적어도 96%, 적어도 97%, 또는 적어도 98%의 순도를 갖는다. 제조된 아크릴산이, 예를 들면, 증류에 의해 분리되는 일부 변형에서, 아크릴산은 적어도 98%, 적어도 98.5%, 적어도 99%, 적어도 99.1%, 적어도 99.2%, 적어도 99.3%, 적어도 99.4%, 적어도 99.5%, 적어도 99.6%, 적어도 99.7%, 적어도 99.8%, 또는 적어도 99.9%의 순도를 갖는다.
- [0044] 다운스트림 생성물
- [0045] 본원에 기재된 방법에 따라 제조된 아크릴산은 다양한 적용을 위해 사용할 수 있다. 예를 들면, 아크릴산은 초흡수성 중합체(SAP)용 폴리아크릴산을 제조하기 위해 사용할 수 있다. SAP는 그 중에서도 기저귀, 성인용 요실금 용품, 및 여성 위생 용품에서의 용도를 발견한다.
- [0046] 일부 양상에서, 가교결합체의 존재하에 본원에 기재된 방법에 따라 제조된 아크릴산을 중합하여 초흡수성 중합체를 제조하는, 초흡수성 중합체의 제조 방법이 제공된다.
- [0047] 아크릴산 제조 시스템
- [0048] 다른 양상에서, 아크릴산의 제조를 위한 시스템이 본원에 제공된다. 예를 들면, 도 2를 참조하여, 예시적인 아크릴산 제조 시스템이 도시된다. 시스템(200)은 본원에 기재된 방법에 따라 베타-프로피오락톤으로부터 아크릴산을 제조하기 위해 배치된다.
- [0049] 시스템(200)은, 베타-프로피오락톤, 제올라이트, 및 중합 억제제를 수용하기 위해, 그리고 본원에 기재된 방법에 따라 베타-프로피오락톤의 적어도 일부로부터 아크릴산을 제조하기 위해 배치된, 반응기(210)를 포함한다. 반응기(210)는 승온에서 아크릴산을 제조하기 위해 배치된다. 상기 방법을 위해 본원에 기재된 어떠한 온도도 시스템에서 사용할 수 있다. 예를 들면, 하나의 변형에서, 반응기(210)는 170°C 내지 200°C의 온도에서 아크릴산을 제조하기 위해 배치된다. 적합한 반응기는, 예를 들면, 파르 반응기를 포함할 수 있다.
- [0050] 일부 변형에서, 반응기(210)는 베타-프로피오락톤, 제올라이트, 및 첨가된 중합 억제제 중 하나 이상의 첨가 속도를 제어하기 위해 배치된다. 예를 들면, 하나의 변형에서, 베타-프로피오락톤 및 중합 억제제의 혼합물을 니들 밸브를 사용하여 용매 중 촉매의 혼합물에 서서히 첨가할 수 있다.
- [0051] 도 2를 다시 참조하여, 반응기(210)는 추가로 증기 포트(vapor port)(214)를 포함한다. 일부 변형에서, 반응기(210)는 제조된 아크릴산의 적어도 일부를 연속적으로 스트리핑하기 위해 배치되고, 증기 포트(214)는 아크릴산

증기를 수집 용기(220)에 통과시키기 위해 배치된다.

- [0052] 도 2를 다시 참조하여, 시스템(200)은 추가로 수집 용기(220)로부터 아크릴산을 수용하기 위해 배치된, 산/염기 스크러버(230)를 포함한다. 시스템의 다른 변형에서, 산/염기 스크러버(230)를 생략할 수 있다. 추가로, 도 2를 참조하여, 부품(element)(212, 216 및 222)은 딥 튜브(dip tube)이다.
- [0053] 본원에 제공된 시스템은 아크릴산의 배취식 또는 연속식 제조를 위해 배치될 수 있다.
- [0054] 실시예
- [0055] 다음 실시예는 단지 예시적이고, 어떠한 방식으로든 본 발명에 개시된 양상을 제한하는 것으로 여겨지지 않는다.
- [0056] 실시예 1
- [0057] 제올라이트를 사용하는 베타-프로피오락톤의 아크릴산으로의 전환
- [0058] 이러한 실시예는 제올라이트를 사용하여 베타-프로피오락톤으로부터 아크릴산의 제조를 나타낸다.
- [0059] 베타-프로피오락톤(3.0 g) 및 페노티아진(9.0 mg)의 혼합물을 니들 밸브를 사용하여 165°C에서 50 psi의 일산화탄소를 사용하여 실폴란(40.0g) 및 제올라이트 Y 하이드로젠(20.0 g)의 혼합물에 첨가하였다. 제올라이트 Y 하이드로젠(80:1 몰 비 SiO₂/Al₂O₃, 분말 S.A. 780 m²/g)을 진공하에 100°C에서 사용하기 전 하루 동안 건조시켰다. 페노티아진이 사용된 중합 억제제였다. 실폴란이 사용된 용매이고, 사용 전에 3Å 분자 체에서 건조시켰다. 베타-프로피오락톤을 약 8.6분 동안 니들 밸브를 사용하여 서서히 첨가하였다. 반응 혼합물을 170°C로 가열하여 아크릴산을 제조하였다.
- [0060] 반응물을 적외선 분광법(IR)으로 모니터링하였다. 반응물을 어떠한 베타-프로피오락톤도 IR로 검출불가한 때인 약 3시간 후 완료됨을 관찰하였다. 이어서, 제올라이트를 반응 혼합물로부터 여과제거하고, 수득한 혼합물의 샘플을 중수소(D₂O) 및 클로로포름(CDCl₃) 중에 핵자기 공명(NMR) 분석을 위해 용해시켰다. ¹H NMR에서 δ 5.80 내지 6.47 ppm 사이의 관찰된 비닐 피크로 아크릴산의 제조를 확인하였다.

도면

도면1



도면2

