

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4429664号
(P4429664)

(45) 発行日 平成22年3月10日(2010.3.10)

(24) 登録日 平成21年12月25日(2009.12.25)

(51) Int. Cl. F 1
C07C 209/12 (2006.01) C 0 7 C 209/12
C07C 211/63 (2006.01) C 0 7 C 211/63

請求項の数 3 (全 10 頁)

(21) 出願番号	特願2003-311817 (P2003-311817)	(73) 特許権者	301057923 ダイヤニトリックス株式会社 東京都港区芝一丁目6番10号
(22) 出願日	平成15年9月3日(2003.9.3)	(74) 代理人	100123788 弁理士 官崎 昭夫
(65) 公開番号	特開2005-75816 (P2005-75816A)	(74) 代理人	100106138 弁理士 石橋 政幸
(43) 公開日	平成17年3月24日(2005.3.24)	(74) 代理人	100127454 弁理士 緒方 雅昭
審査請求日	平成18年9月1日(2006.9.1)	(72) 発明者	福井 友基 広島県大竹市御幸町20番1号 三菱レイ ヨン株式会社中央技術研究所内
		(72) 発明者	徳田 正徳 東京都港区港南一丁目6番41号 MRC ユニテック株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 不飽和第4級アンモニウム塩の製造法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

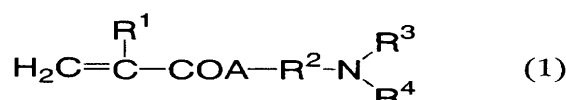
水を溶媒として、式(1)で表される第3級アミノ基を有するビニルモノマーを式(2)で表される化合物で4級化する式(3)で表される不飽和第4級アンモニウム塩の製造方法において、次の工程を順次行い、反応器内容液の不飽和第4級アンモニウム塩の濃度を反応前期工程において83~88質量%とし、反応後期工程において75~85質量%とすることを特徴とする不飽和第4級アンモニウム塩の製造方法。

(a) 前記第3級アミノ基を有するビニルモノマーと、全工程を通じて供給する水の全供給量に対して0~20%の水とを反応器に仕込む工程。

(b) 前記式(2)で表される化合物に対する水の質量比Xで水と前記式(2)で表される化合物を連続的または断続的に反応器に供給する工程(反応前期工程)。ただし、X>0とする。

(c) 前記Xより大なる前記式(2)で表される化合物に対する水の質量比で水と前記式(2)で表される化合物を連続的または断続的に反応器に供給する工程(反応後期工程)。

【化1】



(式中、R¹は水素またはメチル基、Aは酸素またはイミノ基、R²は炭素数1~4のアル

10

20

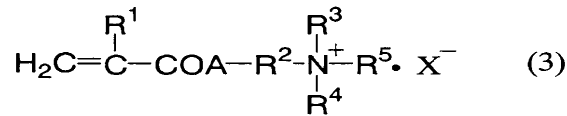
キレン基またはヒドロキシアルキレン基、 R^3 および R^4 は炭素数1～4のアルキル基または炭素数2～4のヒドロキシアルキル基を示す。）

【化2】



(式中、 R^5 はアルキル基またはベンジル基を示し、 X はCl、BrまたはIを示す。)

【化3】



10

(式中、 $R^1 \sim R^5$ 、 A 、 X は、式(1)および式(2)と同じ。)

【請求項2】

全工程を通じて供給する式(2)で表される化合物の供給量の比率は、全工程を通じて供給する式(1)で表される第3級アミノ基を有するビニルモノマーに対し1モル以上、10モル以下であって、前記式(2)で表される化合物の供給率が、全工程を通じて供給する前記式(2)で表される化合物の全供給量に対して40～90%である時期に反応前期工程を終了し、反応後期工程を開始することを特徴とする請求項1記載の不飽和第4級アンモニウム塩の製造方法。

【請求項3】

20

前記の第3級アミノ基を有するビニルモノマーがアクリル酸ジメチルアミノエチルエステルまたはメタクリル酸ジメチルアミノエチルエステルであり、前記のハロゲン化アルキルが塩化メチルである請求項1又は2に記載の不飽和第4級アンモニウム塩の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、不飽和第4級アンモニウム塩の製造方法に関する。不飽和第4級アンモニウム塩は、陽イオン性、導電性、水溶性、接着性等の機能を有する重合体の原料として有用である。不飽和第4級アンモニウム塩を単独重合、その他のビニル型単量体と共重合、あるいは他の単量体とグラフト重合して得られた重合体は、例えば、凝集剤、帯電防止剤、土壌改良剤、導電加工剤、染色改良剤、紙力増強剤、紙の濾水性向上剤、化粧品、樹脂改質剤等に利用される。

30

【背景技術】

【0002】

水を溶媒として第3級アミノ基を有するビニルモノマーをハロゲン化アルキルで4級化する4級化反応(以下、単に4級化反応という)では、第3級アミノ基を有するビニルモノマーが加水分解しやすく、副生物として遊離酸が生成するという問題点がある。

【0003】

例えば、特許文献1には、ハロゲン化アルキルの5～20%を導入した後に、ハロゲン化アルキルの供給量に比例して定速で水を供給する方法が記載されている。しかし、この方法では、水の供給を始める前に結晶の析出やスラリーが生じるという問題がある。また、反応熱の制御が困難で除熱が十分できずハロゲン化アルキルの導入量を抑える必要があるため反応に長時間要するという問題がある。

40

【特許文献1】特開昭63-5064号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

本発明の目的は、第3級アミノ基を有するビニルモノマーをハロゲン化アルキルまたはハロゲン化ベンジルで4級化する際の反応中に結晶の析出やスラリーを生じさせることなく不飽和第4級アンモニウム塩を製造する方法を提供することにある。また本発明の目的

50

は短時間で不飽和第4級アンモニウム塩を製造する方法を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0005】

本発明は、水を溶媒として、式(1)で表される第3級アミノ基を有するビニルモノマーを式(2)で表される化合物で4級化する式(3)で表される不飽和第4級アンモニウム塩の製造方法において、次の工程を順次行い、反応器内容液の不飽和第4級アンモニウム塩の濃度を反応前期工程において83～88質量%とし、反応後期工程において75～85質量%とすることを特徴とする不飽和第4級アンモニウム塩の製造方法である。

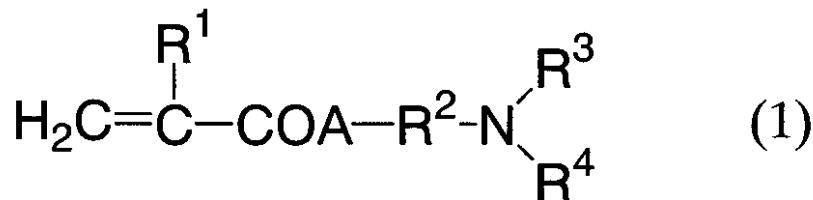
(a) 前記第3級アミノ基を有するビニルモノマーと、全工程を通じて供給する水の全供給量に対して0～20%の水とを反応器に仕込む工程。

(b) 前記式(2)で表される化合物に対する水の質量比Xで水と前記式(2)で表される化合物を連続的または断続的に反応器に供給する工程(反応前期工程)。ただし、 $X > 0$ とする。

(c) 前記Xより大なる前記式(2)で表される化合物に対する水の質量比で水と前記式(2)で表される化合物を連続的または断続的に反応器に供給する工程(反応後期工程)。

【0006】

【化1】



(式中、 R^1 は水素またはメチル基、Aは酸素またはイミノ基、 R^2 は炭素数1～4のアルキレン基またはヒドロキシアルキレン基、 R^3 および R^4 は炭素数1～4のアルキル基または炭素数2～4のヒドロキシアルキル基を示す。)

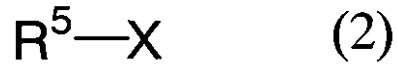
【0007】

10

20

30

【化2】



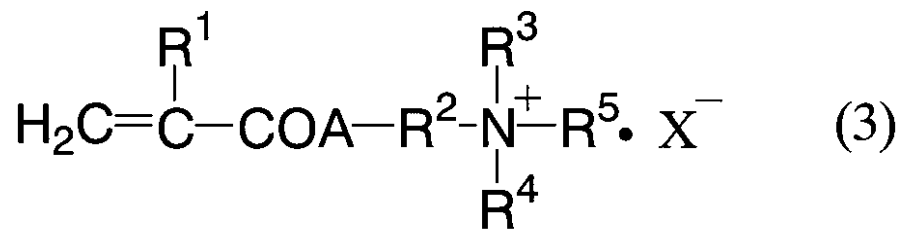
10

(式中、 R^5 はアルキル基またはベンジル基を示し、 X は Cl 、 Br または I を示す。)

20

【0008】

【化3】



30

(式中、 $R^1 \sim R^5$ 、 A 、 X は、式(1)および式(2)に同じ。)

40

【0009】

本発明では、全工程を通じて供給する式(2)で表される化合物の供給量の比率は、全工程を通じて供給する式(1)で表される第3級アミノ基を有するビニルモノマーに対し1モル以上、10モル以下であって、ハロゲン化アルキルまたはハロゲン化ベンジルの供給率が、全工程を通じて供給するハロゲン化アルキルまたはハロゲン化ベンジルの全供給量に対して40～90%である時期に反応前期工程を終了し、反応後期工程を開始することが好ましい。

【0011】

本発明の不飽和第4級アンモニウム塩の製造方法は、前記の第3級アミノ基を有するビ

50

ニルモノマーがアクリル酸ジメチルアミノエチルエステルまたはメタクリル酸ジメチルアミノエチルエステルであり、前記のハロゲン化アルキルまたはハロゲン化ベンジルが塩化メチルの場合に好適である。

【発明の効果】

【0012】

本発明によれば、第3級アミノ基を有するビニルモノマーをハロゲン化アルキルまたはハロゲン化ベンジルで4級化する際の反応中に結晶の析出やスラリーを生じさせることなく不飽和第4級アンモニウム塩を製造することができる。また本発明によれば、短時間で不飽和第4級アンモニウム塩を製造することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0013】

以下に本発明について詳細に説明する。本発明の不飽和第4級アンモニウム塩の製造方法で原料として使用する前記式(1)で表される第3級アミノ基を有するビニルモノマー(以下、単にビニルモノマーと言う。)は、例えば、ジメチルアミノエチル(メタ)アクリレート、ジエチルアミノエチル(メタ)アクリレート、ジメチルアミノプロピル(メタ)アクリレート、ジメチルアミノブチル(メタ)アクリレート、ジメチルアミノ-2-ヒドロキシプロピル(メタ)アクリレート、ジエチルアミノ-2-ヒドロキシプロピル(メタ)アクリレート等の(メタ)アクリル酸アミノアルキルエステル類、ジメチルアミノエチル(メタ)アクリルアミド、ジエチルアミノエチル(メタ)アクリルアミド、ジメチルアミノプロピル(メタ)アクリルアミド、ジメチルアミノブチル(メタ)アクリルアミド、ジメチルアミノ-2-ヒドロキシプロピル(メタ)アクリルアミド、ジエチルアミノ-2-ヒドロキシプロピル(メタ)アクリルアミド等の(メタ)アクリル酸アミノアルキルアミド類が挙げられる。本発明は、ジメチルアミノエチル(メタ)アクリレートを原料とする前記式(3)で表される不飽和第4級アンモニウム塩の製造に好適である。

【0014】

原料のビニルモノマーとして、2種類以上のビニルモノマーを使用してもよい。ビニルモノマーの品質は特に限定されず、工業用に市販されている低純度のものでも利用可能であるが、製品品質の観点からその純度は高い方が好ましく、純度98.5質量%以上がより好ましく、99.0質量%以上が特に好ましい。

【0015】

なお本願明細書において、(メタ)アクリレートとはアクリレートおよび/またはメタクリレート、(メタ)アクリルアミドとはアクリルアミドおよび/またはメタクリルアミド、(メタ)アクリル酸とはアクリル酸および/またはメタクリル酸を意味する。

【0016】

原料として使用するハロゲン化アルキルまたはハロゲン化ベンジルは、前記式(2)で表されるハロゲン化アルキルまたはハロゲン化ベンジル(以下、単にハロゲン化アルキルと言う。)である。ハロゲン化アルキルとしては、例えば、塩化メチル、塩化エチル、塩化プロピル、塩化ベンジル、臭化メチル、臭化エチル、ヨウ化メチル、およびヨウ化エチル等である。本発明は、塩化メチルを原料とする前記式(3)で表される不飽和第4級アンモニウム塩の製造に好適である。

【0017】

原料のハロゲン化アルキルとして、2種類以上のハロゲン化アルキルを使用してもよい。ハロゲン化アルキルの品質は特に限定されず、工業用に市販されている低純度のものでも利用可能であるが、製品品質の観点からその純度は高い方が好ましく、純度99.0質量%以上がより好ましく、99.5質量%以上が特に好ましい。

【0018】

ビニルモノマーの全供給量とハロゲン化アルキルの全供給量の比率は特に限定されず適宜決めることができる。通常、ハロゲン化アルキルの全供給量は、ビニルモノマー1モルに対して1モル以上が好ましく、1.01モル以上がより好ましい。また、ハロゲン化アルキルの使用量は、ビニルモノマー1モルに対して10モル以下が好ましく、1.3モル以下がより好ましい。

【0019】

本発明では、まず、ビニルモノマーと水とを反応器に仕込む。この際のビニルモノマーの仕込み量は全供給量の50~100%が好ましい。ビニルモノマーの仕込み量が100%未満の場合の残余は反応過程で適宜追加することができるが、操作を簡略にするために全供給量(100%)をこの時点で仕込んでおくことが好ましい。また、水の仕込み量は全供給量の0~20%であるが、ハロゲン化アルキル供給開始時の結晶析出を抑制するために下限値は1%以上が好ましい。また、反応初期の加水分解を低減するために上限値は10%以下が好ましい。

【0020】

4級化反応は重合防止剤の存在下に行うことが好ましい。通常、重合防止剤は反応器の仕込み液に加えられる。重合防止剤としては、例えば、ヒドロキノンモノメチルエーテル、ヒドロキノン、フェノチアジン、クペロン、t-ブチルカテコール、硫酸銅等が挙げられる。重合防止剤は、1種を用いても、2種以上を併用してもよい。重合防止剤の使用量は適宜決めることができる。反応に使用された重合防止剤を反応後もそのまま製品である不飽和第4級アンモニウム塩の重合防止剤として使用する場合、重合防止剤の使用量は製品中の重合防止剤の許容濃度等により決めればよい。一般に、重合防止剤の使用量は仕込みの(メタ)アクリル酸アミノアルキルエステルと溶媒の合計質量に対して、100質量ppm以上が好ましく、また20000質量ppm以下が好ましい。ただし、不飽和第4級アンモニウム塩中の重合防止剤の許容濃度はその用途により異なる。例えば、凝集剤用ポリマーの原料として使用する不飽和第4級アンモニウム塩水溶液の場合は、100質量ppm以上が好ましく、また20000質量ppm以下が好ましい。

【0021】

反応器にビニルモノマーと全供給量の0~20%の水とを仕込んだ後、水とハロゲン化アルキルを連続的または断続的に反応器に供給して、反応前期工程を開始する。水とハロゲン化アルキルを供給する際のハロゲン化アルキルに対する水の質量比Xは、ビニルモノマーがアクリル酸ジメチルアミノエチルエステルでハロゲン化アルキルが塩化メチルである場合、通常0.2~0.8である。Xの下限値は結晶析出回避の点で0.2以上が好ましく、0.4以上が特に好ましい。また上限値はビニルモノマーの加水分解抑制の点で0.8以下が好ましく、0.75以下が特に好ましい。なお、反応前期工程で水は必ず供給するものとする。すなわち、Xは0を超える値とする。

【0022】

反応前期工程に引き続き、反応前期工程のXより大なるハロゲン化アルキルに対する水の質量比X'で水とハロゲン化アルキルを連続的または断続的に反応器に供給する反応後期工程を行う。反応後期工程では途中でハロゲン化アルキルに対する水の質量比を変化させてもよいが、その場合、X'は反応後期工程を通じて供給したハロゲン化アルキルの質量で同期間に供給した水の質量を除いて算出する。X'は通常0.8~2.5である。X'の下限値は除熱効率向上の点で0.8以上が好ましく、0.9以上が特に好ましい。また上限値はビニルモノマーの加水分解抑制の点で2.5以下が好ましく、2.0以下が特に好ましい。

【0023】

反応前期工程および後期工程で供給する水として、氷または氷水を供給することもできる。反応後期工程では、反応液の粘度が上昇して除熱効率が低下するが、多くの氷または氷水を導入し、氷の融解熱を利用することでより効果的に除熱することができる。

【0024】

氷または氷水の導入手段は、特に限定されないが、例えば、ポンプを用いて供給する方法、二重コックで反応釜の圧力を保ちながら断続的に供給する方法等が挙げられる。氷の形態は特に限定されず、例えば、塊状、細かく破碎したものの、シャーベット状等が挙げられる。

【0025】

ポンプを用いる場合には、破碎した氷やシャーベット状の氷と水とを混合した氷水を導入することが好ましい。氷水中の氷の割合は10質量%以上が好ましく、50質量%以上が特に好ましい。氷の割合は高い方が反応液の温度上昇を抑え易い。塊状の氷を供給する場合は、二重コックを用いることが好ましい。氷のみを導入する場合、低温の氷を使用すると反応液の温度上昇をより抑えやすくなる。氷の温度は0以下であり、-30以下

10

【0026】

本発明に用いる水または氷または氷水は、工業的に得られるものであれば、品質は特に限定されないが、製品品質の観点からその純度は高い方が好ましく、イオン交換処理を行った脱イオン水や、蒸留処理した蒸留水を用いることが好ましい。

【0027】

反応前期工程を終了し、反応後期工程を開始する時期（工程変更時期）は特に限定されないが、ハロゲン化アルキルの全供給量に対するこれまでに供給されたハロゲン化アルキルの供給量の比（ハロゲン化アルキルの供給率）が40～90%である時期が好ましく、50～70%である時期が特に好ましい。工程変更時期のハロゲン化アルキルの供給率は

20

【0028】

反応前期工程において、反応液の不飽和第4級アンモニウム塩濃度の下限値は高いほど加水分解が起き難いため、83質量%以上とし、84質量%以上が特に好ましい。また、上限値は低いほど結晶の析出が起き難いため、88質量%以下とし、87質量%以下が特に好ましい。

【0029】

反応後期工程において、反応液の不飽和第4級アンモニウム塩濃度の下限値は高いほど加水分解が起き難いため、75質量%以上とし、80質量%以上が特に好ましい。また、製品の濃度は通常80質量%であることから、反応後期工程の濃度を80質量%以上とすることで反応終了液を濃縮することなく製品を取得できる。不飽和第4級アンモニウム塩濃度の上限値は低いほど反応液の粘度が低く除熱効率が良いため、85質量%以下とし、83質量%以下が特に好ましい。

30

【0030】

反応過程において、反応容器内気相部の酸素濃度は、酸素含有ガスを適宜使用して、通常0.1～16容量%、好ましくは1～10容量%、特に好ましくは4～8容量%とする。気相部の酸素濃度を16容量%以下とすることにより、ハロゲン化アルキルの爆発を抑制することができる。酸素濃度の調整に使用する酸素含有ガスとしては、例えば、空気、純酸素、空気を酸素以外のガスで希釈したもの、純酸素を酸素以外のガスで希釈したもの等が挙げられる。酸素以外のガスとしては、例えば、窒素、アルゴン等の不活性ガス等

40

【0031】

反応容器内の気相部に酸素を存在させないことも可能であるが、気相部に酸素を存在させると液相部に酸素が溶解するので液相部、特に不飽和第4級アンモニウム塩の重合抑制に効果がある。一方、気相部の酸素濃度は低いほどビニルモノマーと酸素から生成する着色原因物質が少なくなるので高品質の不飽和第4級アンモニウム塩を製造することができる。

【0032】

本発明の方法で用いるハロゲン化アルキルはガス状または液状の何れの状態で反応容器に導入してもよい。常温で液状のものはそのまま液面から滴下すればよい。常温でガス状

50

のものは、反応容器内の気相部または液相中のいずれか、またはその両方に導入する。ハロゲン化アルキルの導入効率の点から、ハロゲン化アルキルは液相中にバブリングして導入し、液相中に溶解させることが好ましい。またハロゲン化アルキルの溶解効率の点から、加圧状態でハロゲン化アルキルを導入することが好ましい。反応圧力（反応容器内気相部の圧力）は適宜決めることができるが、高圧の反応器は設備費や維持費が高くなるため、次の範囲で反応を行うことが好適である。反応圧力（ゲージ圧）の下限は、通常 - 101.3 kPa 以上、好ましくは - 100 kPa 以上、特に好ましくは - 50 kPa 以上である。また上限は、通常 200 kPa 以下、好ましくは 150 kPa 以下である。ハロゲン化アルキルの導入圧力（ゲージ圧）は 0 ~ 1500 kPa が好ましく、10 ~ 300 kPa がより好ましく、50 ~ 200 kPa が特に好ましい。

10

【0033】

4級化反応はハロゲン化アルキルの導入と同時に開始する。反応前期工程および後期工程の反応温度は適宜決めることができる。反応温度の下限は、通常 0 以上、好ましくは 20 以上である。また上限は、通常 100 以下、好ましくは 70 以下である。反応温度の制御は、ハロゲン化アルキルの導入前から開始しても、導入後から開始してもよいが、反応温度より低温のビニルモノマーにハロゲン化アルキルを導入し、反応熱で反応液の温度を上昇させてから制御し始める方法が好ましい。

【0034】

反応前期工程および後期工程を通じた反応時間は適宜決めることができる。反応時間の下限は、通常 1 時間以上、好ましくは 2 時間以上である。また上限は、通常 12 時間以下、好ましくは 8 時間以下、特に好ましくは 6 時間以下である。反応時間は長いほど反応熱の除熱が容易になり、短いほど（メタ）アクリル酸エステルの加水分解が起こり難い。

20

【実施例】**【0035】**

以下、実施例により本発明を具体的に説明する。実施例において不飽和第 4 級アンモニウム塩（水溶液）中のアクリル酸濃度は水酸化ナトリウム水溶液による中和滴定で定量した。また、未反応のビニルモノマー濃度は、高速液体クロマトグラフィーで分析した。なお、本発明はこれらの実施例に何ら限定されるものではない。

【0036】**[実施例 1]**

30

原料供給管と攪拌機を備えた二重ジャケットを備える容量 3 L の加圧反応容器（以下、反応器と言う。）に、ハイドロキノンモノメチルエーテル 2000 ppm を含有するアクリル酸ジメチルアミノエチルエステル 1431.9 g（10.00 モル）を仕込み、次に、水 25.0 g、ハイドロキノンモノメチルエーテル 1.98 g を仕込み、反応器を密閉した。反応器の内容物を攪拌しながら、液相部へ塩化メチルの供給を開始して、4 級化反応を開始させた。反応開始後、反応液の温度を 1 時間かけて 55 に上昇させ、その後 55 で一定になるように調節した。反応圧力は - 50 ~ 120 kPa であった。反応が安定して以降は、塩化メチルの供給量を制御して、反応液の温度とジャケットの温度の温度差 T を 2.0 ± 0.2 とした。また、塩化メチルと並行して、水を断続的に供給した。水の供給方法としては、塩化メチルの供給率 65% の時点まで（反応前期工程）は、塩化メチルに対して質量比 X が 0.68 となるように水を導入し、供給率 65% ~ 75% の間（反応後期工程前半）は、塩化メチルに対して質量比 2.78 となるように水を導入し、供給率 75% の時点以降（反応後期工程後半）は、塩化メチルに対して質量比 0.96 の水を導入した。なお、この際の反応後期工程における塩化メチルに対する水の質量比 X' は 1.48 であった。反応液の粘度が増大し、除熱効率の低下する箇所（反応前期工程）で水を大量に導入したため、反応温度が上昇しにくく、塩化メチルの供給速度を高く維持できた。塩化メチルガスの吹き込み量が 513 g（10.15 モル）となった時点で塩化メチルガスの吹き込みを止めた。反応開始から塩化メチルガスの吹き込みを止めるまで 4.5 時間かかった。この間に供給した水は 484.2 g であった。塩化メチルガスの吹き込みを止めた後、反応液の温度を 55 で 1 時間保持した。その結果、得られたアク

40

50

リロイルオキシエチルトリメチルアンモニウムクロライド 80%水溶液(製品)は 2419.4gであった。製品中には未反応アクリル酸ジメチルアミノエチルエステルが 0.22質量%、副生アクリル酸が 0.09質量%含まれていた。

【0037】

なお、塩化メチルに対して質量比 0.68 で水を導入すると、供給した塩化メチルが全て反応したと仮定して、アクリロイルオキシエチルトリメチルアンモニウムクロライドは 85%水溶液となり、塩化メチルに対して質量比 0.96 で水を導入すると、供給した塩化メチルが全て反応したと仮定して、アクリロイルオキシエチルトリメチルアンモニウムクロライドは 80%水溶液となる。

【0038】

[比較例 1]

反応中に供給する水の塩化メチルに対する質量比を終始 0.96 とした以外は実施例 1 と同様にしてアクリロイルオキシエチルトリメチルアンモニウムクロライド 80%水溶液を製造した。得られた製品は 2419.4g で、製品中には未反応アクリル酸ジメチルアミノエチルエステルが 0.25質量%、副生アクリル酸が 0.15質量%含まれていた。実施例 1 と比較して製品の品質が悪化した。

【0039】

[比較例 2]

反応中に供給する水の塩化メチルに対する質量比を終始 0.68 とし、反応終了後に残りの水を添加した以外は実施例 1 と同様にしてアクリロイルオキシエチルトリメチルアンモニウムクロライド 80%水溶液を製造した。この際、実施例 1 に比べて反応後半で反応液の温度が上昇しやすく、塩化メチルの供給速度を抑えたため、反応開始から塩化メチルガスの吹き込みを止めるまで 5.5時間かかった。得られた製品は 2419.4g で、製品中には未反応アクリル酸ジメチルアミノエチルエステルが 0.22質量%、副生アクリル酸が 0.10質量%含まれていた。実施例 1 と比較して反応時間が長く必要であった。

【0040】

[実施例 2]

水の供給方法を、塩化メチルの供給率 65%の時点までは、塩化メチルに対して質量比 0.68 となるように水を導入し、供給率 65%の時点以降は塩化メチルに対して質量比 1.48 の水を導入し、反応開始から塩化メチルガスの吹き込みを止めるまで 5.0時間かけた以外は、実施例 1 と同様にしてアクリロイルオキシエチルトリメチルアンモニウムクロライド 80%水溶液を製造した。得られた製品は 2419.4g で、製品中には未反応アクリル酸ジメチルアミノエチルエステルが 0.23質量%、副生アクリル酸が 0.09質量%含まれていた。

10

20

30

フロントページの続き

審査官 野口 勝彦

(56)参考文献 特開昭63-005064(JP,A)
特開平04-095053(JP,A)