



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公告本

(11)證書號數：TW I458697 B

(45)公告日：中華民國 103 (2014) 年 11 月 01 日

(21)申請案號：098126496

(22)申請日：中華民國 98 (2009) 年 08 月 06 日

(51)Int. Cl. : C07C233/09 (2006.01)

C07C231/02 (2006.01)

(30)優先權：2008/08/19 美國

12/194,267

(71)申請人：奈寇公司(美國) NALCO COMPANY (US)

美國

(72)發明人：摩洛斯 約翰 D MORRIS, JOHN D. (US)

(74)代理人：桂齊恆；閻啟泰

(56)參考文獻：

US 2311548

US 4859796

Drobnik et al. "Enzymatic Cleavage of Side Chains of Synthetic Water-Soluble Polymers" Makromolekulare Chemie, 1976, Vol. 177, pages 2833-2848.

審查人員：方冠岳

申請專利範圍項數：15 項 圖式數：0 共 12 頁

(54)名稱

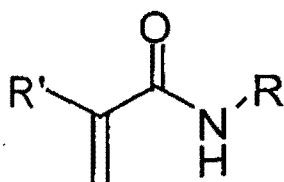
製造 N-烷基(烷基)丙烯醯胺的方法

PROCESSES FOR PRODUCING N-ALKYL (ALKYL) ACRYLAMIDES

(57)摘要

本發明係關於製造 N-烷基(烷基)丙烯醯胺的方法。在一通用具體實例中，本發明提供一種製造 N-烷基(烷基)丙烯醯胺的方法，其包含提供包含 N-烷基胺之水溶液，及向該水溶液中添加鹼及(烷基)丙烯酸酐以形成沉澱的 N-烷基(烷基)丙烯醯胺。

Methods of producing the N-alkyl (alkyl) acrylamides. In a general embodiment, the present disclosure provides a method of producing an N-alkyl (alkyl) acrylamide comprising providing an aqueous solution comprising an N-alkyl amine and adding to the aqueous solution a base and an (alkyl) acrylic anhydride to form a precipitated N-alkyl (alkyl) acrylamide.



發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※申請案號：98/26496

※申請日：98.8.6

※IPC 分類：C07C 233/09, 1711/02, 231/02

一、發明名稱：(中文/英文)

製造 N-烷基 (烷基) 丙烯醯胺的方法

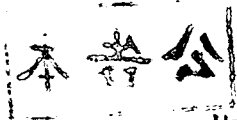
PROCESSES FOR PRODUCING N-ALKYL (ALKYL)
ACRYLAMIDES

二、中文發明摘要：

本發明係關於製造 N-烷基 (烷基) 丙烯醯胺的方法。在一通用具體實例中，本發明提供一種製造 N-烷基 (烷基) 丙烯醯胺的方法，其包含提供包含 N-烷基胺之水溶液，及向該水溶液中添加鹼及 (烷基) 丙烯酸酐以形成沉澱的 N-烷基 (烷基) 丙烯醯胺。

三、英文發明摘要：

Methods of producing the N-alkyl (alkyl) acrylamides. In a general embodiment, the present disclosure provides a method of producing an N-alkyl (alkyl) acrylamide comprising providing an aqueous solution comprising an N-alkyl amine and adding to the aqueous solution a base and an (alkyl) acrylic anhydride to form a precipitated N-alkyl (alkyl) acrylamide.



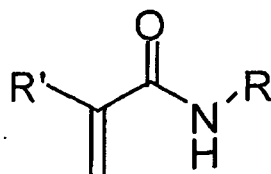
四、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第（ 無 ）圖。

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

無

五、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：



六、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明大體上係關於 N-烷基（烷基）丙烯醯胺。更特定言之，本發明係關於製造 N-烷基（烷基）丙烯醯胺及使用該等 N-烷基（烷基）丙烯醯胺的方法。

【先前技術】

在諸如胺、氫氧化物、烷氧化物等親核試劑之存在下，酸酐相對具有反應性。丙烯酸酐及（甲基）丙烯酸酐與諸如胺之親核試劑反應產生相應的丙烯酸或（甲基）丙烯酸，及作為另一單體之後續親核加成產物。所得 N-烷基（烷基）丙烯醯胺可用作聚合氣體水合物抑制劑之構築嵌段。然而，該等反應可具有與最終產物純化及副反應控制有關的相關問題。

【發明內容】

本發明係關於製造 N-烷基（烷基）丙烯醯胺的方法。在一通用具體實例中，本發明提供一種製造 N-烷基（烷基）丙烯醯胺的方法。該方法包含提供包含 N-烷基胺之水溶液，及向該水溶液添加鹼及（烷基）丙烯酸酐以形成沉澱的 N-烷基（烷基）丙烯醯胺。

在一具體實例中，該方法進一步包含過濾水溶液以自水溶液中移除沉澱的 N-烷基（烷基）丙烯醯胺。可進一步洗滌經過濾之沉澱的 N-烷基（烷基）丙烯醯胺以自 N-烷基（烷基）丙烯醯胺移除任何污染物。

在一具體實例中，所移除之污染物實質上為（烷基）

丙烯酸鹽共產物。

在一具體實例中，(烷基)丙烯酸酐及鹼係在低於約 30 °C 之溫度下添加至水溶液中。

在一具體實例中，N-烷基胺包含具有式 $H_2N(R)$ 之化合物，其中 R 為諸如具有 1 至 8 個碳單位之直鏈烴或具有 1 至 8 個碳單位之分支鏈烴之烷基。

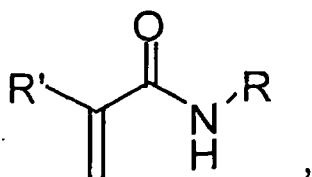
在一具體實例中，包含 R 之烷基包括雜原子，其為氧、硫或其組合。

在一具體實例中，N-烷基胺為甲胺、乙胺、1-丙胺、2-丙胺（異丙胺）、1-丁胺、2-丁胺、1-甲基-1-丙胺、2-甲基-1-丙胺或其組合。

在一具體實例中，(烷基)丙烯酸酐為二(烷基)丙烯酸酐。

在一具體實例中，鹼為氫氧化鈉、氫氧化鉀、氫氧化銨或其組合。

在一具體實例中，沉澱的 N-烷基(烷基)丙烯酸鹽胺具有以下結構：



其中 R 係選自由具有 1 至 8 個碳單位之直鏈烴及具有 1 至 8 個碳單位之分支鏈烴之群；且 R' 係選自由氫及甲基組成之群。

在一具體實例中，R' 為甲基且 R 為異丙基。

在另一具體實例中，本發明提供一種製造 N-烷基(甲

基) 丙烯醯胺的方法。該方法包含提供包含 N-烷基胺之水溶液，及向該水溶液添加鹼及一數量的 (甲基) 丙烯酸酐以形成沉澱的 N-烷基 (甲基) 丙烯醯胺。

在一具體實例中，該方法進一步包含過濾水溶液以自水溶液移除沉澱的 N-烷基 (甲基) 丙烯醯胺。

在一具體實例中，該方法進一步包含洗滌經過濾之沉澱的 N-烷基 (甲基) 丙烯醯胺以自 N-烷基 (甲基) 丙烯醯胺移除任何污染物。

本發明之一優勢為提供一種製造 N-烷基 (烷基) 丙烯醯胺的改良方法。

本發明之另一優勢為提供一種製造 N-烷基 (甲基) 丙烯醯胺的改良方法。

其他特徵及優勢描述於本文中，且自以下實施方式中將為顯而易見。

【實施方式】

本發明係關於製造 N-烷基 (烷基) 丙烯醯胺及使用 N-烷基 (烷基) 丙烯醯胺的方法。在一通用具體實例中，使用一種水性方法由 N-烷基胺與 (烷基) 丙烯酸酐 (例如丙烯酸酐、(甲基) 丙烯酸酐) 之反應製造 N-烷基 (烷基) 丙烯醯胺。所製得之 N-烷基 (烷基) 丙烯醯胺具有適用於後續自由基聚合反應及其他類似化學反應的品質。

本發明具體實例中之製造 N-烷基 (烷基) 丙烯醯胺之方法優於文獻中描述之先前程序的一些優勢在於該方法之純化及對副反應之控制的簡易性。此外，溶劑 (例如水)

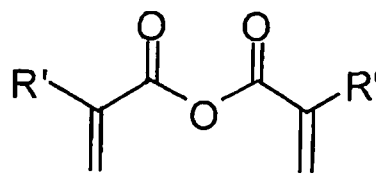
之不揮發性在反應期間提供另一優勢。反應可在相對較低之溫度下進行，且相對於其他在提高溫度下可能在胺與丙烯酸系物之間發生的可能副反應（諸如邁克爾型反應（Michael-type reaction））偏向於所要加成產物。

如本文所用，「烷基」意謂藉由移除直鏈或分支鏈飽和煙之單一氫原子所得的單價基團。典型烷基包括甲基、乙基、正丙基及異丙基、正丁基、第二丁基、異丁基及第三丁基及其類似基團。

在一通用具體實例中，本發明提供一種製造 N-烷基（烷基）丙烯醯胺的方法。該方法包含提供包含 N-烷基胺之水溶液，及向該水溶液添加鹼及（烷基）丙烯酸酐。可在攪拌水溶液的同時將鹼及（烷基）丙烯酸酐添加至該水溶液中。可相繼或同時添加鹼之水溶液及（烷基）丙烯酸酐。或者，可製備鹼與（烷基）丙烯酸酐之水溶液且隨後添加 N-烷基胺。所製得之 N-烷基（烷基）丙烯醯胺單體（由胺與酸酐之間的反應形成）可自反應混合物中沉澱作為相對較純的產物沉澱。

在一具體實例中，可將近似等莫耳量之（烷基）丙烯酸酐及鹼兩者添加至水溶液中。該鹼可為任何適合鹼，例如氫氧化鈉、氫氧化鉀、氫氧化銨及其類似鹼。可在低於約 30°C 之溫度下，將（烷基）丙烯酸酐及鹼添加至水溶液中及/或於水溶液中混合。在另一具體實例中，在約 20°C 至約 30°C 範圍內之溫度下將（烷基）丙烯酸酐及鹼添加至水溶液中及/或於水溶液中混合。

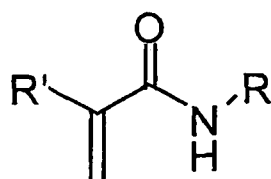
在一具體實例中，本方法進一步包含過濾水溶液以自水溶液中移除沉澱的 N-烷基（烷基）丙烯酸鹽胺。該方法可進一步包含洗滌經過濾之沉澱的 N-烷基（烷基）丙烯酸鹽胺以自 N-烷基（烷基）丙烯酸鹽胺中移除任何污染物。舉例而言，可過濾固體/沉澱的產物且以水洗滌以移除污染產物之任何（烷基）丙烯酸鹽共產物。



（烷基）丙烯酸酐可為式 $\text{R}'\text{CH}=\text{CH}-\text{C}(=\text{O})-\text{O}-\text{C}(=\text{O})-\text{CH}=\text{CH}-\text{R}'$ 之二（烷基）丙烯酸酐，其中 R' 為 H 或具有 1 至 8 個碳原子之直鏈烴或具有 1 至 8 個碳原子之分支鏈烴。在一較佳具體實例中，（烷基）丙烯酸酐為（甲基）丙烯酸酐（R' 為 H 或甲基）且最終沉澱的產物為 N-烷基（甲基）丙烯酸鹽胺。用於 N-烷基（烷基）丙烯酸鹽胺單體之甲基丙烯酸酐原料可購得或可利用多種已知方法中之任一者製得。

在一具體實例中，N-烷基胺包含具有式 $\text{H}_2\text{N}(\text{R})$ 之化合物，其中 R 為諸如具有 1 至 8 個碳單位之直鏈烴或具有 1 至 8 個碳單位之分支鏈烴之烷基。應瞭解，環狀烷基為分支鏈烴群組之子集(subset)。包含 R 之烷基可包括可為氧及/或硫之雜原子，只要碳原子數目保持在 1 至 8 之範圍內即可。在一具體實例中，N-烷基胺可為甲胺、乙胺、1-丙胺、2-丙胺、1-丁胺、2-丁胺、1-甲基-1-丙胺、2-甲基-1-丙胺或其組合。

在一具體實例中，N-烷基（烷基）丙烯酸鹽胺具有以下結構：



其中 R 係選自由具有 1 至 8 個碳單位之直鏈烴及具有 1 至 8 個碳單位之分支鏈烴組成之群，且 R' 係選自由氫及甲基組成之群。在一具體實例中，R' 為甲基且 R 為異丙基。

在另一具體實例中，本發明提供一種製造 N-烷基（甲基）丙烯醯胺的方法。該方法包含提供包含 N-烷基胺之水溶液，及向該水溶液添加鹼及一數量的（甲基）丙烯酸酐以形成沉澱的 N-烷基（甲基）丙烯醯胺。該方法可進一步包含過濾水溶液以自水溶液移除沉澱的 N-烷基（甲基）丙烯醯胺，及洗滌經過濾之沉澱的 N-烷基（甲基）丙烯醯胺以自 N-烷基（甲基）丙烯醯胺移除任何污染物。

實施例

舉例而言且並不加以限制，以下實施例說明本發明之多個具體實例，且進一步說明以根據本發明之具體實例之 N-烷基（烷基）丙烯醯胺進行的實驗性測試。

實施例 1

以下實驗使用水性反應條件以產生 N-異丙基甲基丙烯醯胺（IPMA）：

將 32 公克水添加至配備有機械攪拌器、冷凝器及熱電偶之 250 mL 三頸樹脂燒瓶中。經由冰浴將水冷卻至 5-9°C。在混合下將 6 公克異丙胺緩慢添加至冷卻水中。

將以下組份經由兩個獨立注射泵分別且同時添加至攪拌中之冷卻異丙胺溶液中：1) 甲基丙烯酸酐（16.53 g，94%

純) 及 2) 50 wt% 氫氧化鈉水溶液 (8.12 g)。甲基丙烯酸酐及氫氧化鈉溶液各經一小時添加，同時保持反應溫度低於 30°C。在此期間，反應混合物中形成沉澱物。在添加所有試劑之後，將反應混合物再攪拌一小時，且隨後過濾反應器內容物。在真空下將經回收之固體乾燥之後獲得 10.7 g 產物 (IPMA)。核磁共振 (NMR) 分析揭示產物由 93% IPMA、4% 水及 3% 雜質組成。

應瞭解，對於本文所述之當前較佳具體實例之各種變化及修改對於熟習此項技術者而言將為顯而易見的。該等變化及修改可在不脫離本發明標的物之精神及範疇且不減小其預期優勢之情況下作出。因此預期該等變化及修改為隨附申請專利範圍所涵蓋。

【圖式簡單說明】

無

【主要元件符號說明】

無

七、申請專利範圍：

1.一種製造 N-烷基（烷基）丙烯醯胺之方法，該方法包含：

提供包含 N-烷基胺之水溶液；及

向該水溶液中添加鹼及一數量的（烷基）丙烯酸酐以形成沉澱的 N-烷基（烷基）丙烯醯胺，其中該 N-烷基胺係選自甲胺、乙胺、1-丙胺、2-丙胺、1-丁胺、2-丁胺、1-甲基-1-丙胺、2-甲基-1-丙胺及其組合。

2.如申請專利範圍第 1 項之方法，其進一步包含過濾該水溶液以自該水溶液中移除該沉澱的 N-烷基（烷基）丙烯醯胺。

3.如申請專利範圍第 1 項之方法，其中將近似等莫耳數量之該（烷基）丙烯酸酐及該鹼添加至水溶液中。

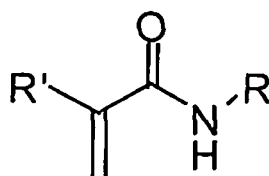
4.如申請專利範圍第 1 項之方法，其中該（烷基）丙烯酸酐及該鹼係在低於約 30°C 之溫度下添加至該水溶液中。

5.如申請專利範圍第 1 項之方法，其中該（烷基）丙烯酸酐及該鹼係在約 20°C 至約 30°C 之溫度下添加至該水溶液中。

6.如申請專利範圍第 1 項之方法，其中該（烷基）丙烯酸酐為二（烷基）丙烯酸酐。

7.如申請專利範圍第 1 項之方法，其中該鹼係選自由氫氧化鈉、氫氧化鉀、氫氧化銨及其組合組成之群。

8.如申請專利範圍第 1 項之方法，其中該沉澱的 N-烷基（烷基）丙烯醯胺具有以下結構：



其中 R 係選自由具有 1 至 8 個碳單位之直鏈烴及具有 1 至 8 個碳單位之分支鏈烴組成之群；且 R' 係選自由氫及甲基組成之群。

9. 如申請專利範圍第 8 項之方法，其中 R' 為甲基且 R 為異丙基。

10. 一種製造 N-烷基（甲基）丙烯醯胺之方法，該方法包含：

提供包含 N-烷基胺之水溶液，及

向該水溶液中添加鹼及一數量的（甲基）丙烯酸酐以形成沉澱的 N-烷基（甲基）丙烯醯胺，其中該 N-烷基胺係選自甲胺、乙胺、1-丙胺、2-丙胺、1-丁胺、2-丁胺、1-甲基-1-丙胺、2-甲基-1-丙胺及其組合。

11. 如申請專利範圍第 10 項之方法，其進一步包含過濾該水溶液以自該水溶液移除該沉澱的 N-烷基（甲基）丙烯醯胺。

12. 如申請專利範圍第 10 項之方法，其進一步包含洗滌經過濾之該沉澱的 N-烷基（甲基）丙烯醯胺以自該 N-烷基（甲基）丙烯醯胺移除任何污染物。

13. 如申請專利範圍第 10 項之方法，其中該（甲基）丙烯酸酐為甲基丙烯酸酐且該 N-烷基胺為異丙胺。

14. 如申請專利範圍第 13 項之方法，其中該鹼為含水氫

氧化鈉。

15.如申請專利範圍第 14 項之方法，其中該甲基丙烯酸酐及該含水氫氧化鈉係同時添加至異丙胺水溶液中。

八、圖式：

無