

發明專利說明書 200524946

(本說明書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※ 申請案號：9311915[✓]

※ 申請日期：93.6.29

※IPC 分類：C07F 7/08

一、發明名稱：(中文/英文)

製造雙(三甲基矽烷基氧)矽烷基烷基丙三醇甲基丙烯酸酯之方法

PROCESS FOR THE PRODUCTION OF BIS

(TRIMETHYLSILYLOXY) SILYLALKYLGLYCEROL

METHACRYLATES

二、申請人：(共 1 人)

姓名或名稱：(中文/英文)

美商壯生和壯生視覺關懷公司

JOHNSON & JOHNSON VISION CARE, INC.

代表人：(中文/英文)

金羅斯/GIANNESCHI, LOIS

住居所或營業所地址：(中文/英文)

美國佛羅里達州傑克威市百夫長公園大道 7500 號

7500 Centurion Parkway, Suite 100, Jacksonville, Florida 32256, U.S.A.

國 籍：(中文/英文)

美國/U.S.A.

三、發明人：(共 2 人)

姓 名：(中文/英文)

1. 戴安娜/ZANINI, DIANA

2. 法蘭克/MOLOCK, FRANK

國 籍：(中文/英文)

1. 加拿大/Canada

2.美國/U.S.A.

四、聲明事項：

☐ 主張專利法第二十二條第二項☐第一款或☐第二款規定之事實，其事實發生日期為： 年 月 日。

☒ 申請前已向下列國家（地區）申請專利：

【格式請依：受理國家（地區）、申請日、申請案號 順序註記】

☒ 有主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

美國 U. S. A.；西元 2003 年 06 月 30 日；10/610,271

☐ 無主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

☐ 主張專利法第二十九條第一項國內優先權：

【格式請依：申請日、申請案號 順序註記】

☐ 主張專利法第三十條生物材料：

☐ 須寄存生物材料者：

國內生物材料 【格式請依：寄存機構、日期、號碼 順序註記】

國外生物材料 【格式請依：寄存國家、機構、日期、號碼 順序註記】

☐ 不須寄存生物材料者：

所屬技術領域中具有通常知識者易於獲得時，不須寄存。

2.美國/U.S.A.

四、聲明事項：

☐ 主張專利法第二十二條第二項☐第一款或☐第二款規定之事實，其事實發生日期為： 年 月 日。

☒ 申請前已向下列國家（地區）申請專利：

【格式請依：受理國家（地區）、申請日、申請案號 順序註記】

☒ 有主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

美國 U. S. A.；西元 2003 年 06 月 30 日；10/610,271

☐ 無主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

☐ 主張專利法第二十九條第一項國內優先權：

【格式請依：申請日、申請案號 順序註記】

☐ 主張專利法第三十條生物材料：

☐ 須寄存生物材料者：

國內生物材料 【格式請依：寄存機構、日期、號碼 順序註記】

國外生物材料 【格式請依：寄存國家、機構、日期、號碼 順序註記】

☐ 不須寄存生物材料者：

所屬技術領域中具有通常知識者易於獲得時，不須寄存。

五、發明說明 (1)

[發明所屬之技術領域]

本發明係有關於製造矽酮單體之方法，特別是雙(三甲基矽烷基氧)矽烷基烷基丙三醇甲基丙烯酸酯。

5 [先前技術]

已發現各種包含矽酮之單體於製造醫療裝置時，有做為起始物料之用途，例如：眼科裝置，特別是對氧具有改良滲透性之軟質隱形眼鏡。一類適合的單體包括：三與雙(三甲基矽烷基氧)矽烷基烷基丙三醇甲基丙烯酸酯 (“SiAGMA”)。一種製造 SiAGMA 之方法包括：將 SiAGMA 之環氧化物與下者進行反應：甲基丙烯酸、與甲基丙烯酸之鈉、鉀、或鋰鹽中之一種、與一種引發劑，例如：氫醌一甲基醚。反應條件包括加熱約 15 小時，獲得具有純度介於約 75 至 95% 間之 SiAGMA，與一些副產物，包括：二甲基丙烯酸酯化副產物。當其被包含於所使用之單體混合物中，用以製造眼科裝置，如：隱形眼鏡時，二甲基丙烯酸酯化副產物可充做交聯劑，其甚至使用少量即可改變所得到裝置之模數，因此這些二官能化副產物之濃度必須予以嚴加控制或最小化。將二官能化副產物移除，通常係使用一繁複的矽膠管柱色譜法步驟予以達成。

因此於此技藝中，仍持續需要一種改良的方法，用以製造 SiAGMA 類化合物，特別是一種能使二官能化副產物之生成最小化的方法。

五、發明說明 (2)

[發明內容]

發明概述

本發明係有關於一種方法，其包括下列步驟：

(a) 將一種包括經取代環氧化物之第一種反應混合物，與
5 至少一種環氧化物開環催化劑，及至少一種丙烯酸進行反應，以生成第一種反應產物，其包括：介於約 60 與約 85 莫耳%之經取代丙烯酸丙三醇酯與該經取代環氧化物；

(b) 使用一種親核化合物處理該第一種反應混合物，以生
10 成第二種反應產物，其實質上不含該經取代環氧化物，而且其包括：該經取代丙烯酸丙三醇酯與一種該經取代環氧化物之親核衍生物；與

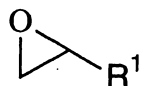
(c) 處理該第二種反應產物，將該親核衍生物移除，並製
15 造具有低於約 5 重量%二官能化不純物之經取代丙烯酸丙三醇酯。

[實施方式]

發明詳述

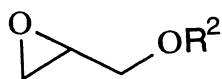
適合的經取代環氧化物包括那些具於下之式 I 者：

20

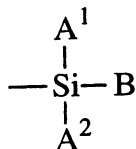


其中 R¹ 為任何不會與親核化合物反應之取代基。較佳之環氧化物包括那些顯示於下之式 II 者：

五、發明說明 (3)

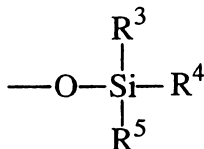


其中 R^2 為一 C1 至 C12 之烷基，其經至少一個含矽部份
 5 取代，以至少一個矽酮為較佳。適合的含矽化合物包括具
 式 III 之化合物：



10

其中 A^1 與 A^2 為相同或相異，並選自較低之烷基，與 B 為
 一具下示結構之基團：

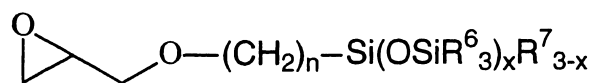


15

其中 R^3 ， R^4 ，與 R^5 為相同或相異，並選自群組包括：較低
 之烷基、苯基、苄基、與三-烷基矽氧基等取代基。於此
 所使用”較低之烷基”一詞，係指包括 1 至 4 個碳原子之烷
 基基團。

20

適合的環氧化物特殊實例包括那些具式 IV 者：



五、發明說明（4）

其中 R^6 與 R^7 為各自獨立地選自具有 1 至 4 個碳原子之烷基基團， n 為一介於 1 與 12 間之整數，與 x 為一介於 0 與 3 間之整數。甚至更特定地，環氧化物可為(3-環氧丙烷丙基)雙(三甲基矽烷氧基)甲基矽烷。

- 5 環氧化物可藉一些方法生成，其包括但不受局限：使用過氧酸進行烯類之氧化反應、經由一種分子內 S_N2 反應生成，其中具有一反式鹵代醇部份、添加一種親核氧化物（例如：一種過氧化氫之鹼性溶液）至一 α, β -未飽和羰基化合物、與將 sulfonium ylide 與一種羰基化合物進行反應。
- 10 或者經含矽基團取代之環氧化物，可藉將一已生成之包含烯丙基官能性環氧化物，進行氫矽氧化反應製得。此類方法對精於此方面技藝者為習知，而且環氧化物與經含矽基團取代之環氧化物，其合成途徑之此清單，絕不會限制本發明對這些製備之範疇。

- 15 依本發明方法，環氧化物與至少一種丙烯酸，及至少一種環氧化物開環催化劑進行反應。適合的丙烯酸包括介於 1 與 4 個間之碳原子，較佳之該酸為甲基丙烯酸。環氧化物與丙烯酸間之反應可為等莫耳，然而使用過量的丙烯酸可令其有利地進行，因此丙烯酸之用量可為：於
- 20 每莫耳環氧化物，使用介於約 1 與約 3 莫耳間之丙烯酸。

於本發明第一步驟中使用之環氧化物開環催化劑，可為任何催化劑，其為技藝所習知可開啟環氧化物之環者。適合的環氧化物開環催化劑包括：路易士酸、路易士鹼、

五、發明說明(5)

Bronsted 酸、與樸啉(porphyrin)錯合物、其併合物與類同物。一類較佳之環氧化物開環催化劑包括:丙烯酸之鹼金屬鹽類,適合的鹼金屬包括:鋰與鉀與鈉,以及適合的丙烯酸包括介於 1 與 4 個間之碳原子,較佳之該鹼金屬鹽為
5 甲基丙烯酸之鋰或鉀鹽。環氧化物開環催化劑可添加足以催化反應之數量,以環氧化物為基準,較佳之數量為至多約 0.5 當量。

反應物中亦可包括一種抑制劑,任何可降低聚合反應速率之抑制劑皆可使用。適合的抑制劑包括:氫醌一甲基
10 醚、丁基化羥基甲苯、其混合物與類同物。抑制劑可添加至多約 10,000 ppm 之數量,以介於約 1 與約 1,000 ppm 間之量為較佳。

進行第一種反應之時間與溫度為:足以提供一經取代環氧化物之轉化率介於約 50 與 85%間,較佳者為介於約
15 70 與 85%間。適合的溫度包括高溫,以高於約 60°C 為較佳,並以介於約 80°C 與約 110°C 之間為最佳。適合的反應時間包括至多約 8 小時,以至多約 6 小時為較佳,並以介於約 2 與約 6 小時之間為最佳。溫度與反應時間成反比對精於此方面技藝者為有利,則較高的反應溫度可使反應時間減少,反之亦然,其他可減緩反應速率之反應條件,如:
20 降低催化劑濃度,亦可使用於本發明方法。

將得自第一種反應步驟之產物("第一種反應產物")與一種親核化合物,其可選擇地與任何殘餘的經取代環氧化物反應,進行反應,而且適合的親核物,經使用選擇的純

五、發明說明（6）

化步驟處理後，應可容易地自第二種反應產物移除。適合的親核化合物包括：包含一級、二級、與三級胺之化合物，以一級與二級胺為較佳。特殊的親核化合物實例包括：異丙胺、二異丙胺、酞醯亞胺、與其混合物。親核化合物之用量，約與第一種反應步驟後殘餘之任何未反應環氧化物等莫耳。

第二種反應步驟可於一低於所選擇親核化合物沸點之溫度進行，並且可於常溫或高溫下容易地進行，適合的溫度包括那些介於約 25°C 與約 90°C 之間者。反應壓力對於第二種反應非為關鍵，並可使用常壓。壓力與反應時間成反比對精於此方面技藝者為有利，則較高的反應壓力可使反應時間減少，反之亦然。較佳者為進行第二種反應步驟一段時間，其足以實質上將所有的環氧化物轉化成該經取代環氧化物之親核衍生物，適合的第二種反應之時間包括那些至高約 16 小時，並以介於約 4 至 16 小時之間為較佳。

第二種反應步驟之產物可經純化以移除親核衍生物，使用各種方法，包括：酸性萃取、以離子交換樹脂處理、離子交換管柱、其組合與類同者，這些純化方法之習用條件於技藝中為熟知。

已發現：使用較先前所用者為短的反應時間進行反應，並以一種親核化合物 SiAGMA 處理第一種反應混合物，可製得針對二官能化副產物具有改良純度之化合物。明確地，由本發明方法製得之 SiAGMA 化合物具有二官

五、發明說明 (7)

能化組份，其使用低於約 5 重量%二甲基丙烯酸酯之量，可充做交聯劑。

為了解說本發明，包括下列諸實例，這些實例不會限制本發明，其用意僅為建議一種應用本發明之方法，那些對隱形眼鏡以及其他專業精通者，可能發現其他應用本發明之方法，然而那些方法被認為屬於本發明範疇內。

下示之縮寫被使用於下列實例中：

SiMMA2 雙(三甲基矽烷基氧)甲基矽烷基丙基丙三醇甲
基丙烯酸酯(化學摘要索引名稱為:2-丙烯酸，
2-甲基，2-羥基-3-[3-[1,3,3,3-四甲基-1-[(三
甲基矽烷基)氧]二矽氧烷基]丙氧基]丙基酯)
MEHQ 氫醌一甲基醚
環氧化物 (3-環氧丙烷丙基)雙(三甲基矽烷基氧基)甲基矽
烷

轉化百分率係使用氣體色譜法(GC)依下法測定:將 100 微升樣品分散至 1 毫升異丙醇中，並將經分散之樣品使用氣體色譜儀-火焰離子化感測器(GC-FID)依下列條件進行分析:

載體氣體: 氮

載體氣體壓力: 70 PSI

總流量: 75 毫升/分鐘

隔板清除: 3-5 毫升/分鐘

五、發明說明(8)

氫氣壓力: 60 PSI

空氣壓力: 30 PSI

感測器: 火焰離子化感測器於 280°C

入口溫度: 280°C

5 自動取樣器之清洗溶劑: 異丙醇

管柱: Restek RTX-5 30 公尺 x 0.25 毫米 x 1.0 微米(5% 二
苯基, 95% 二甲基聚矽氧烷)

注射容積: 2 微升(100:1)(分離)

溫度程序:

10 起始溫度: 60°C

斜坡: 10°C/分鐘

最終溫度: 325°C

最終時間: 5 分鐘

平衡: 7 分鐘

15

實例 1

於一裝設磁攪拌棒、乾燥管、與熱電偶之 250 毫升三
頸圓底反應瓶, 添加 0.6 公克甲基丙烯酸鉀(4.8 毫莫耳,
0.08 當量)與 10.36 公克甲基丙烯酸(0.12 莫耳, 2 當量)。

20 將 MEHQ(45 毫克, 0.36 毫莫耳, 0.006 當量)加至反應瓶
中, 並攪拌反應液, 於攪拌下添加 20.0 公克 Epoxide (得
自 Silar, 0.060 莫耳), 而後將混合物加熱至 100°C。

於 5.5 小時後, 取出一小整份(約 200 微升)反應混合
物, 使用己烷(約 1 毫升)加以稀釋, 並連續地使用約 毫

五、發明說明 (9)

升 0.5 M 氫氧化鈉水溶液與約 1 毫升 2.5 重量%氯化鈉水溶液予以清洗。有機層經 GC 分析顯示包含 24.5%起始環氧化物與 75.5% SiMAA2，GC 未觀察到其他的產物。

5 隨後將反應混合物自熱移開，並輸送至一分離漏斗，使用約 100 毫升己烷藉以輸送與稀釋混合物。連續地以 2x 約 75 毫升 0.5 M 氫氧化鈉水溶液與約 75 毫升 2.5 重量%氯化鈉水溶液清洗己烷層，而後使用硫酸鈉乾燥有機層，再予過濾。濾液使用旋轉蒸發器於 55°C 下濃縮，此濃縮物經 GC 分析顯示包含 25%起始環氧化物(Epoxide)與
10 約 74% SiMAA2。

於環氧化物與 SiMAA2 之溶液中，加入 6.60 毫升異丙胺(0.076 莫耳，5.1 當量)，使用磁攪拌棒將反應混合物於 40°C 攪拌過夜。自反應溶液取出一整份，並以 GC 分析，GC 之結果確認反應溶液不含起始環氧化物。將磁攪拌棒自反應容器取出，再將溶液於旋轉蒸發器濃縮，以移
15 除過量的異丙胺(沸點 33 至 34°C)。自旋轉蒸發器取出已濃縮之溶液，並使用約 50 毫升甲醇加以稀釋，於此加入 Amberlite®IR120(正)樹脂，直至混合物之 pH 約為 7。使用磁攪拌棒將此混合物持續攪拌 1 小時，於 1 小時後過濾混合物，並將濾液於旋轉蒸發器濃縮，得到 SiMAA2。使用液體色譜法-質譜法(LC-MS)分析所獲得 SiMAA2 之純度，將純度之結果列示於下表 1 中，並與 SiMAA2 之純度相比較，後者係使用其他反應條件製得，其被敘述於實
20 例 2 與 3。

五、發明說明 (10)

實例 2

於一裝設磁攪拌棒、乾燥管、與熱電偶之 5000 毫升三頸圓底反應瓶，添加 92 公克之乾燥甲基丙烯酸鋰(1 莫耳，0.17 當量)與 1023 公克甲基丙烯酸(11.91 莫耳，2 當量)。將 MEHQ(4.65 公克，0.037 莫耳，0.006 當量)加至反應瓶中，並攪拌反應液，於攪拌下添加 2000 公克 Epoxide (得自 Silar，5.95 莫耳)，而後將反應混合物加熱至 90°C。

於約 15 小時後，將反應混合物自熱移開，使其冷卻至約 50°C，並輸送至一分離漏斗，使用約 3200 毫升己烷藉以輸送與稀釋混合物。連續地以 4x 約 3200 毫升與 1x 2000 毫升 0.5 M 氫氧化鈉水溶液，及約 75 毫升 2.5 重量 % 氯化鈉水溶液清洗己烷層，而後使用硫酸鈉乾燥有機層，再予過濾。

於濾液中加入 800 公克閃餾級矽膠，將非均質混合物於室溫下攪拌 3 小時，並使用燒結玻璃漏斗予以過濾。濾液隨後以旋轉蒸發器於 55°C 下濃縮，得到 SiMAA2，使用 LC-MS 分析所獲得 SiMAA2 之純度，將純度之結果列示於下表 1 中。

實例 3

於一裝設磁攪拌棒、乾燥管、與熱電偶之 5000 毫升三頸圓底反應瓶，添加 59 公克之乾燥甲基丙烯酸鉀(0.476 莫耳，0.08 當量)與 1023 公克甲基丙烯酸(11.91 莫

五、發明說明 (11)

耳，2 當量)。將 MEHQ(4.65 公克，0.037 莫耳，0.006 當量)加至反應瓶中，並攪拌反應液，於攪拌下添加 2000 公克 Epoxide (得自 Silar，5.95 莫耳)，而後將反應混合物加熱至 100°C。

5 於約 15 小時後，將反應混合物自熱移開，使其冷卻至室溫，並輸送至一分離漏斗，使用約 2000 毫升己烷藉以輸送與稀釋混合物。連續地以 3x 約 5000 毫升 0.5 M 氫氧化鈉水溶液，與 3x 約 3500 毫升 2.5 重量%氯化鈉水溶液清洗己烷層，而後使用硫酸鈉乾燥有機層，再予過濾。濾液隨後以旋轉蒸發器於 55°C 下濃縮，得到 SiMAA2，
10 使用 LC-MS 分析所獲得 SiMAA2 之純度，將純度之結果列示於下表 1 中。

表 1

組份	重量%組份		
	實例 1	實例 2	實例 3
總純度(%)	78.9	85.9	84
二官能化不純物(%)	1.82	4.92	8.97
乙酸乙酯(%)	<0.05	<0.02	0.43
己烷(%)	0.35	<0.06	<0.6
環氧化物(%)	1.34	0.59	<0.06
乙二醇(%)	9.96	0.49	0.76

四、中文發明摘要（發明之名稱： 製造雙(三甲基矽烷基氧)矽烷基烷基
丙三醇甲基丙烯酸酯之方法)

本發明係有關於一種由經取代環氧化物製造經取代丙烯酸丙三醇酯之方法，更明確地，本發明為有關於一種包括下列步驟之方法：

- (a) 將一種包括經取代環氧化物之第一種反應混合物，與至少一種環氧化物開環催化劑，及至少一種丙烯酸進行反應，以生成第一種反應產物，其包括：介於約 60 與約 85 莫耳%之經取代丙烯酸丙三醇酯與該經取代環氧化物；
- (b) 使用一種親核化合物處理該第一種反應混合物，以生成第二種反應產物，其實質上不含該經取代環氧化物，而且其包括：該經取代丙烯酸丙三醇酯與一種該經取代環氧化物之親核衍生物；與
- (c) 處理該第二種反應產物，將該親核衍生物移除，並製造具有低於約 5 重量%二官能化不純物之經取代丙烯酸丙三醇酯。

四、英文發明摘要（發明之名稱： Process for the production of
bis(trimethylsilyloxy)silylalkylglycerol
methacrylates

The present invention relates to a process for producing substituted glycerol acrylates from substituted epoxides. More specifically, the present invention relates to a process comprising the steps of

(a) reacting a first reaction mixture comprising substituted epoxide with at least one epoxide opening catalyst and at least one acrylic acid to form a first reaction product comprising between about 60 and about 85 mole% substituted glycerol acrylate and said substituted epoxide;

(b) treating said first reaction mixture with a nucleophilic compound to form a second reaction product which is substantially free of said substituted epoxide and which comprises said substituted glycerol acrylate and a nucleophile derivative of said substituted epoxide; and

(c) treating said second reaction product to remove said nucleophile derivative and produce substituted glycerol acrylate having less than about 5 weight% difunctional impurities.

裝

計

線

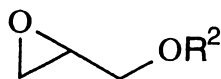
六、申請專利範圍

1. 一種方法，其包括下列步驟：

(a) 將一種包括經取代環氧化物之第一種反應混合物，
與至少一種環氧化物開環催化劑，及至少一種丙烯酸
5 酸進行反應，以生成第一種反應產物，其包括：介
於約 50 與約 85 莫耳%之經取代丙烯酸丙三醇酯與
該經取代環氧化物；

(b) 使用一種親核化合物處理該第一種反應混合物，以
生成第二種反應產物，其實質上不含該經取代環氧
10 化物，而且其包括：該經取代丙烯酸丙三醇酯與一
種該經取代環氧化物之親核衍生物；與

(c) 處理該第二種反應產物，將該親核衍生物移除，並
製造具有低於約 5 重量%二官能化不純物之經取代
丙烯酸丙三醇酯。

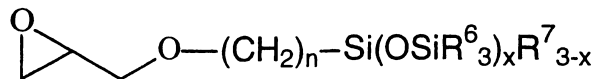
2. 根據申請專利範圍第 1 項之方法，其中該經取代環氧
15 化物包括至少一種具式 II 之化合物：

其中 R²係選自群組包括：C1 至 C12 之烷基，其經至少
20 一個含矽部份所取代。

3. 根據申請專利範圍第 2 項之方法，其中 R²係選自群組
包括：C1 至 C6 之烷基，其經至少一個矽氧烷所取代。

4. 根據申請專利範圍第 1 項之方法，其中該經取代環氧
化物包括至少一種具式 III 之化合物：

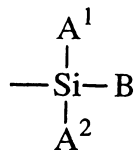
六、申請專利範圍



- 5 其中 R^6 與 R^7 為各自獨立地選自具有 1 至 4 個碳原子之烷基基團， n 為一介於 1 與 12 間之整數，與 x 為一介於 0 與 3 間之整數。

5. 根據申請專利範圍第 2 項之方法，其中該含矽部份具有式 III:

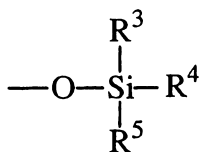
10



其中 A^1 與 A^2 為相同或相異，並選自較低之烷基，與

15

B 為一具下示結構之基團:



20

其中 R^3 ， R^4 ，與 R^5 為相同或相異，並選自群組包括：較低之烷基、苯基、苄基、與三-烷基矽氧基取代基。

6. 根據申請專利範圍第 1 項之方法，其中該經取代環氧化物包括(3-環氧丙烷丙基)雙(三甲基矽烷氧基)甲基矽

六、申請專利範圍

烷。

7. 根據申請專利範圍第 1 項之方法，其中該丙烯酸包括
甲基丙烯酸。
8. 根據申請專利範圍第 1 項之方法，其中該丙烯酸之用
5 量為：於每莫耳經取代環氧化物，使用介於約 1 與約 3
莫耳間之丙烯酸。
9. 根據申請專利範圍第 1 項之方法，其中該環氧化物開
環催化劑係選自群組包括：路易士酸、路易士鹼、
Bronsted 酸、與樸啉(porphyrin)錯合物。
- 10 10. 根據申請專利範圍第 1 項之方法，其中該環氧化物開
環催化劑包括一種鹼金屬鹽。
11. 根據申請專利範圍第 10 項之方法，其中該鹼金屬鹽
包括至少一種鹼金屬，選自群組包括：鋰、鉀、與
鈉。
- 15 12. 根據申請專利範圍第 10 項之方法，其中該至少一種
鹼土丙烯酸鹽包括介於 1 與 4 個間之碳原子，與該至
少一種丙烯酸包括介於 1 與 4 個間之碳原子。
13. 根據申請專利範圍第 10 項之方法，其中該鹼金屬鹽
為一種甲基丙烯酸之鋰或鉀鹽。
- 20 14. 根據申請專利範圍第 1 項之方法，其中該鹼金屬鹽之
存在量，以環氧化物為基準，至多約 0.5 當量。
15. 根據申請專利範圍第 1 項之方法，其中該第一種反應
混合物另外包括至少一種抑制劑。
16. 根據申請專利範圍第 15 項之方法，其中該抑制劑係

六、申請專利範圍

選自群組包括：氫醌一甲基醚、丁基化羥基甲苯、與其混合物。

17. 根據申請專利範圍第 15 項之方法，其中該抑制劑之添加量至多約 10,000 ppm。
- 5 18. 根據申請專利範圍第 15 項之方法，其中該抑制劑之添加量介於約 1 與約 1,000 ppm 之間。
19. 根據申請專利範圍第 1 項之方法，其中步驟(a)之反應條件包括：一介於約 80°C 與約 110°C 間之溫度，與一介於約 2 與約 6 小時間之反應時間。
- 10 20. 根據申請專利範圍第 1 項之方法，其中該親核化合物係選自群組包括：包含一級、二級、與三級胺之化合物、與其混合物。
21. 根據申請專利範圍第 20 項之方法，其中該親核化合物係選自群組包括：異丙胺、二異丙胺、酞醯亞胺、與其混合物。
- 15 22. 根據申請專利範圍第 1 項之方法，其中步驟(c)包括：酸性萃取、以離子交換樹脂處理、離子交換管柱、與其組合。
23. 根據申請專利範圍第 1 項之方法，其中該第一種反應產物包括：介於約 60%與約 80%之經取代丙烯酸丙三醇酯。
- 20 24. 一種方法，其包括下列步驟：
- (a) 將一種包括經取代環氧化物之第一種反應混合物，與至少一種鹼金屬鹽，及至少一種丙烯酸，於溫度

六、申請專利範圍

高於約 60°C 進行反應至多約 6 小時，以生成第一種反應產物，其包括：介於約 50 與約 85 莫耳%之經取代丙烯酸丙三醇酯與該經取代環氧化物；

5 (b) 使用一種親核化合物處理該第一種反應混合物，於溫度介於約 20°C 與 90°C 之間至多約 16 小時，以生成第二種反應產物，其實質上不含該經取代環氧化物，而且其包括：該經取代丙烯酸丙三醇酯與一種該經取代環氧化物之親核衍生物；與

10 (c) 處理該第二種反應產物，將該親核衍生物移除，並製造具有低於約 5 重量%二官能化不純物之經取代丙烯酸丙三醇酯。

裝
訂
線

(一)、本案指定代表圖爲：第_____圖（無）

(二)、本代表圖之元件代表符號簡單說明：

無

本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

無