



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 113493390 A

(43) 申请公布日 2021.10.12

(21) 申请号 202010251025.4 *C08F 220/34* (2006.01)
(22) 申请日 2020.04.01 *C08F 220/56* (2006.01)
(71) 申请人 爱森(中国)絮凝剂有限公司 *G02F 1/56* (2006.01)
地址 225400 江苏省泰兴市泰兴经济开发
区滨江北路6号
(72) 发明人 塞德里克·法维罗 约翰·基弗
凌静 布米诺·米歇尔
尼古拉斯·布瓦斯
(74) 专利代理机构 北京品源专利代理有限公司
11332
代理人 刘明海 胡彬
(51) Int. Cl.
C07C 213/06 (2006.01)
C07C 219/08 (2006.01)
B01J 31/12 (2006.01)

权利要求书2页 说明书6页

(54) 发明名称

新的二烷基氧化锡组合物和生产(甲基)丙烯酸2-二甲基氨基乙酯的方法

(57) 摘要

本发明涉及一种新的二烷基氧化锡催化剂组合物及其用于通过(甲基)丙烯酸烷基酯和氨基醇的酯交换合成(甲基)丙烯酸氨基烷基酯,特别是(甲基)丙烯酸2-二甲基氨基乙酯的用途。本发明还涉及用季铵化的(甲基)丙烯酸氨基烷基酯制得的聚合物和所述聚合物在水处理、污泥脱水、造纸工艺、农业、化妆品和洗涤组合物、纺织工艺、油气回收工艺如强化采油、压裂、采矿操作如尾矿处理中的用途。

1. 一种二烷基氧化锡组合物,其包含:

- 80重量%至90重量%的二烷基氧化锡;
- 5重量%至10重量%的至少一种(甲基)丙烯酸烷基酯;
- 5重量%至10重量%的至少一种氨基醇,

所述重量百分比是相对于所述二烷基氧化锡组合物的重量。

2. 根据权利要求1所述的二烷基氧化锡组合物,其中所述组合物是溶解有70重量%至95重量%的二烷基氧化锡的悬浮液,并且5重量%至30重量%的二烷基氧化锡是悬浮于组合物中的颗粒的形式,所述重量百分比是相对于所述二烷基氧化锡组合物中二烷基氧化锡的重量。

3. 根据权利要求1所述的二烷基氧化锡组合物,其中所述二烷基氧化锡是二丁基氧化锡(DBTO)。

4. 一种生产根据权利要求1所述的二烷基氧化锡组合物的方法,其包含以下步骤:用第一润湿溶液润湿二烷基氧化锡颗粒,在第二润湿溶液存在下将润湿后的二烷基氧化锡颗粒研磨和/或切片以获得悬浮液A,和加热所得悬浮液以获得悬浮液B。

5. 根据权利要求4所述的方法,其中所述第一和/或第二润湿溶液包含(甲基)丙烯酸烷基酯或氨基醇或(甲基)丙烯酸烷基酯和氨基醇的混合物。

6. 根据权利要求4所述的方法,其中在包含以下的设备中将所述二烷基氧化锡润湿并研磨和/或切片:

-润湿锥,在所述润湿锥中计量二烷基氧化锡颗粒,所述锥连接至适于提供第一润湿溶液的初级润湿溶液入口回路,

-在所述锥的底端处:

• 用于将分散的二烷基氧化锡颗粒研磨并排出的腔室,其包含:

- o由马达驱动并配备有刀具的转子,
- o包含叶片的固定定子,

-在所述腔室的整个周边或部分周边上方,由适于提供第二润湿溶液的次级润湿溶液回路供给的环,所述环与所述腔室连通,以确保加压的第二润湿溶液被喷洒到所述定子的叶片上。

7. 根据权利要求4所述的方法,其中在在30°C与100°C之间的温度下加热悬浮液A 1分钟至600分钟的时间。

8. 一种通过(甲基)丙烯酸烷基酯和氨基醇的酯交换生产(甲基)丙烯酸氨基烷基酯的方法,所述方法包含使用根据权利要求1所述的二烷基氧化锡组合物作为酯交换的催化剂。

9. 根据权利要求8所述的方法,其中所述方法包含以下步骤:

-在反应器中,添加重量比为2-15:2-40:1-5的至少一种氨基醇、至少一种(甲基)丙烯酸烷基酯和至少一种溶剂;

-在同一反应器中,添加具有在10:1至100:1范围内的氨基醇与二烷基氧化锡组合物的重量比的根据权利要求1至3中任一项所述的二烷基氧化锡组合物,以获得悬浮液;

-将所得悬浮液的温度从40°C增加到70°C,持续30分钟至500分钟的时间,同时由于共沸蒸发而连续除去低级烷基醇,以回收(甲基)丙烯酸氨基烷基酯;

-获得(甲基)丙烯酸氨基烷基酯。

10. 根据权利要求9所述的方法,其进一步包含纯化(甲基)丙烯酸氨基烷基酯的步骤。

11. 由权利要求8至10中任一项所述的方法获得的(甲基)丙烯酸2-二甲基氨基乙酯。

12. 根据权利要求11所述的(甲基)丙烯酸2-二甲基氨基乙酯,所述(甲基)丙烯酸2-二甲基氨基乙酯是季铵化形式。

13. 一种聚合物,其包含至少一个根据权利要求12所述的(甲基)丙烯酸2-二甲基氨基乙酯的季铵化形式的单体单元。

14. 根据权利要求13所述的聚合物,其中所述聚合物通过如权利要求12所述的(甲基)丙烯酸2-甲基氨基乙酯的季铵化版本和至少一种选自以下列表中的单体的聚合获得:

-非离子单体:丙烯酰胺,甲基丙烯酰胺,N,N-二甲基丙烯酰胺,N,N-二乙基丙烯酰胺,N-乙基吡咯烷酮,N-乙基甲酰胺,N-乙基咪唑,聚乙二醇的甲基丙烯酸酯,双丙酮丙烯酰胺,N-异丙基丙烯酰胺,丙烯酸2-羟乙酯,丙烯酸2,3-二羟丙酯,甲基丙烯酸2-羟乙酯,甲基丙烯酸2,3-二羟丙酯,N-叔丁基丙烯酰胺,和它们的混合物,

-阴离子单体:未成盐、部分或完全成盐的丙烯酸、2-丙烯酰胺基-2-甲基丙磺酸(ABTS)、甲基丙烯酸、衣康酸、马来酸、磺酸烯丙酯,及它们的混合物,

-阳离子单体:二烯丙基二甲基氯化铵(DADMAC)、丙烯酰胺基二烷基氨基丙基、甲基丙烯酰胺基二烷基氨基丙基、甲基丙烯酸二烷基氨基烷基酯、丙烯酸二烷基氨基烷基酯、甲基丙烯酸二甲基氨基烷基酯、丙烯酸二甲基氨基烷基酯和它们的酸化或季铵化的盐,以及它们的混合物,

-结构剂:多烯键式不饱和单体或大分子引发剂,或转移聚合剂,或它们的混合物。

15. 如权利要求13或14所述的聚合物在水处理、污泥脱水、造纸工艺、农业、化妆品和洗涤组合物、纺织工艺、油气回收工艺中的用途。

16. 如权利要求13或14所述的聚合物作为分散剂、凝结剂、絮凝剂、增稠剂、研磨剂、减阻剂、超吸收剂的用途。

新的二烷基氧化锡组合物和生产(甲基)丙烯酸2-二甲基氨基乙酯的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种新的二烷基氧化锡催化剂组合物及其用于通过(甲基)丙烯酸烷基酯和氨基醇的酯交换合成(甲基)丙烯酸氨基烷基酯,特别是(甲基)丙烯酸2-二甲基氨基乙酯的用途。

背景技术

[0002] (甲基)丙烯酸2-二甲基氨基乙酯单体通常例如用甲基氯、二烷基硫酸盐或苄基氯进行季铵化,然后聚合以产生阳离子聚合物。这些聚合物用于许多工业如水处理、造纸、家庭和个人护理、油气回收中。

[0003] 用有机锡化合物催化酯交换反应是众所周知的。在感兴趣的(甲基)丙烯酸酯中,(甲基)丙烯酸2-二甲基氨基乙酯是通过用氧化锡衍生物例如氧化二丁基锡(DBTO)作为催化剂使(甲基)丙烯酸烷基酯和二甲基氨基乙醇进行酯交换而获得的。催化剂的作用是移动平衡以产生更多的(甲基)丙烯酸2-二甲基氨基乙酯并减少杂质形成。

[0004] (甲基)丙烯酸烷基酯可以是(甲基)丙烯酸甲酯、(甲基)丙烯酸乙酯、(甲基)丙烯酸丙酯、(甲基)丙烯酸丁酯、(甲基)丙烯酸2-乙基己酯。通常优选(甲基)丙烯酸甲酯。

[0005] 在文献US 7,268,251中,通过酯交换制备(甲基)丙烯酸酯在低级醇钛催化剂存在下进行。低级醇钛酸酯(alcoxytitanate),例如钛酸四异丙酯本身是不可用的。催化剂制备步骤是与感兴趣的氨基醇进行醇交换所必需的。此制备步骤包括在高温下的加热阶段,以通过真空蒸馏连续除去所产生的低级醇。此步骤进行起来复杂,时间和能量密集型的,并且产生待处置的低级醇的废物料流。

[0006] 文献中广泛描述的作为合成(甲基)丙烯酸酯的有效酯交换催化剂的另一种合适的催化剂是有机锡衍生物。特别地,描述了二烷基氧化锡和二烷基二氯化锡,更特别是二丁基氧化锡(首字母缩写DBTO)。即使DBTO被描述为单体分子,产物也自聚集以形成不同聚合度的簇。

[0007] 例如,在文献US 3,642,877中,描述了DBTO作为在制备甲基丙烯酸二甲基氨基乙酯中发生的甲基丙烯酸甲酯和二甲基氨基乙醇之间的酯交换的优选催化剂。水是公知的催化剂毒物,因为它与DBTO反应。结果,在DBTO添加之前,首先通过水与甲基丙烯酸甲酯的共沸蒸馏来干燥试剂。此试剂干燥步骤是时间和能量密集型的,其需要过量的甲基丙烯酸甲酯并产生待处置的废物。其还需要湿馏出物的进一步处理,所述湿馏出物是甲基丙烯酸甲酯、水和甲醇的混合物。并且,在此方法中,DBTO以固体形式使用。

[0008] 此外,从文献中已知DBTO和(甲基)丙烯酸烷基酯都不溶于氨基醇。在酯交换反应过程期间,在氨基醇和(甲基)丙烯酸酯之间的反应之前存在诱发时间。这样的诱发时间降低生产率并因此增加生产成本。

[0009] 不受任何理论的约束,据信诱发时间与DBTO的粒度分布有关。如此,本领域技术人员倾向于将DBTO的粒度降低至粉状。然而,这样做可能由于吸入含有有毒的锡衍生物的粉

尘而对使用者产生安全风险。

[0010] 为了克服此问题,文献US 7,078,560提出经由制备二锡氧烷中间体来预活化有机锡衍生物。二烷基氧化锡和二烷基二氯化锡的混合物与二甲基氨基乙醇在溶剂中反应。二烷基氧化锡和二烷基二氯化锡无需加热即可自溶。然而,为了在过滤后回收固体二锡氧烷,需要使溶剂蒸发的步骤。此文献中公开的方法是复杂的,特别是由于溶剂蒸馏步骤和允许回收二锡氧烷材料的进一步过滤步骤。并且,氯离子的存在可能引起工业/生产装置的腐蚀。

[0011] 文献US 2012/0123147A1公开了通过将二丁基氧化锡溶解在醇和(甲基)丙烯酸烷基酯的混合物中或在(甲基)丙烯酸氨基烷基酯的存在下制备二丁基氧化锡的混合物。此方法需要在数小时内将反应混合物加热到高温。此外,DBTO含量被限制到70%的最大量。

[0012] 鉴于以上,现有技术描述了用于合成(甲基)丙烯酸氨基烷基酯的催化剂的不同制备方法。然而,这些方法是复杂的,包含大量步骤,并且是能量和时间密集型的。此外,这样的方法产生待处理或处置的废物流出物。

[0013] 并且,需要通过在反应混合物中加入固体二烷基氧化锡时减少诱发时间来改善(甲基)丙烯酸氨基烷基酯的生产率。二烷基氧化锡的细颗粒还引起与这样的颗粒暴露于使用者有关的问题和风险,以及潜在的健康问题。

发明内容

[0014] 本发明涉及一种新的、高度浓缩的且稳定的二烷基氧化锡催化剂组合物及其用于通过(甲基)丙烯酸烷基酯和氨基醇的酯交换合成(甲基)丙烯酸氨基烷基酯的用途。

[0015] 本发明还涉及一种不产生废物且可以在与已知方法相比更低的温度下进行的对生态环境友好的二烷基氧化锡制备方法。

[0016] 已经令人惊讶地发现,由于特定的组合物,可以获得高度浓缩的且稳定的二烷基氧化锡组合物,优选悬浮液。这样的特定组合物有利地经由特定的方法制备。

[0017] 本发明涉及一种二烷基氧化锡组合物,其包含:

[0018] -80重量%至90重量%的二烷基氧化锡;

[0019] -5重量%至10重量%的至少一种(甲基)丙烯酸烷基酯;

[0020] -5重量%至10重量%的至少一种氨基醇。

[0021] -所述重量百分比是相对于所述组合物的重量。

[0022] 根据一个实施方案,所述二烷基氧化锡组合物由以下组成或基本上由以下组成:

[0023] -80重量%至90重量%的二烷基氧化锡;

[0024] -5重量%至10重量%的至少一种(甲基)丙烯酸烷基酯;

[0025] -5重量%至10重量%的至少一种氨基醇。

[0026] 在此实施方案中,所述重量百分比是相对于所述组合物的总重量,并且总的为100%。

[0027] 在本发明中,所述二烷基氧化锡的烷基基团可以是线性的、环状的(取代或未取代)或支化的。键合至锡的烷基基团可以彼此相同或不同。所述烷基基团可以具有在2与12之间,优选4与8之间的碳原子数,更优选所述烷基基团是线性的并且具有4、8或12的碳原子数。

[0028] 在本发明中,所述(甲基)丙烯酸烷基酯的烷基基团可以是线性的、环状的(取代或未取代)或支化的。所述烷基基团可以具有在1与10之间,优选1与8之间,更优选1与4之间的碳原子数,甚至更优选所述烷基基团是甲基或乙基。

[0029] 在本发明中,所述二烷基氧化锡优选是二丁基氧化锡(DBTO)。

[0030] 在本发明中,氨基醇对应于在烷烃主链上含有羟基(-OH)和氨基官能团两者的化合物。所述氨基官能团可以是伯氨(-NH₂)、仲氨(-NHR¹)或叔氨(-NR¹R²)官能团。该定义包括其中羟基和氨基官能团被另一化学基团如烷基分开的氨基醇,但不包括其中羟基和氨基官能团彼此直接连接的氨基醇(羟胺)。烷基R¹和R²可以相同或不同。它们可以具有在1与8之间,优选1与4之间的碳原子数。

[0031] 在优选实施方案中,所述二烷基氧化锡组合物是溶解有70至95重量%的二烷基氧化锡的悬浮液,并且5至30重量%的二烷基氧化锡是悬浮于组合物中的颗粒的形式。所述重量百分比是相对于所述组合物中二烷基氧化锡的总量。优选地,多于80重量%且不多于95重量%、更优选多于85重量%且不多于95重量%的二烷基氧化锡溶解在悬浮液中。

[0032] 本发明还涉及一种生产二烷基氧化锡组合物的方法,所述方法包含以下步骤:用第一润湿溶液润湿二烷基氧化锡颗粒,在第二润湿溶液存在下将润湿后的二烷基氧化锡颗粒研磨和/或切片以获得组合物A(优选悬浮液A);和加热所得组合物以获得组合物B(优选悬浮液B)。

[0033] 术语“润湿”对应于二烷基氧化锡颗粒与第一润湿溶液或第二润湿溶液之间的延长的接触。所述第一润湿溶液和第二润湿溶液不必是水性的。

[0034] 第一润湿溶液和/或第二润湿溶液优选是有机溶剂。

[0035] 所述第一润湿溶液和/或第二润湿溶液优选包含(甲基)丙烯酸烷基酯,或氨基醇,或(甲基)丙烯酸烷基酯和氨基醇的混合物。所述第一润湿溶液和/或第二润湿溶液优选包含(甲基)丙烯酸烷基酯和氨基醇的混合物。

[0036] 所述(甲基)丙烯酸烷基酯与所述氨基醇的摩尔比有利地在1:5与5:1之间,优选1:2与2:1之间。

[0037] 第一润湿溶液和/或第二润湿溶液优选相同,但可以不同。

[0038] 在优选实施方案中,在包含以下的设备中将所述二烷基氧化锡润湿并研磨和/或切片:

[0039] -润湿锥,在所述润湿锥中计量二烷基氧化锡颗粒,所述锥连接至适于提供第一润湿溶液的初级润湿溶液入口回路,

[0040] -在所述锥的底端处:

[0041] • 用于将分散的二烷基氧化锡颗粒研磨并排出的腔室,其包含:

[0042] ○由马达驱动并配备有刀具的转子,

[0043] ○包含叶片的固定定子,

[0044] -在所述腔室的整个周边或部分周边上方,由适于提供第二润湿溶液的次级润湿溶液回路供给的环,所述环与所述腔室连通,以确保加压的第二润湿溶液被喷洒到所述定子的叶片上。

[0045] 该设备优选是由SNF公司制造的聚合物切片单元(首字母缩写PSU),并描述于文献US 8,186,871、W02011/107683和W02016/156320中。这三篇文献,特别是描述PSU及其用途

的部分,通过引用并入本文。

[0046] 优选在30℃至100℃,优选40℃至90℃的温度下加热组合物A1分钟至600分钟,优选30分钟至180分钟时间。

[0047] 本发明还涉及一种通过(甲基)丙烯酸烷基酯和氨基醇的酯交换生产(甲基)丙烯酸氨基烷基酯的方法,所述方法包含使用根据本发明的组合物作为酯交换的催化剂。

[0048] 技术人员知道如何进行反应并且可以参考文献US 2012/0123148这样做。本发明方法的优点是,这样的方法不需要特殊的附加步骤来进行反应,以用二烷基氧化锡作为催化剂,通过(甲基)丙烯酸甲酯和二甲基氨基乙醇的酯交换获得(甲基)丙烯酸氨基烷基酯。

[0049] 在优选实施方案中,所述方法包含以下步骤:

[0050] -在反应器中,添加重量比为2-15:2-40:1-5的至少一种氨基醇、至少一种(甲基)丙烯酸烷基酯和至少一种溶剂;

[0051] -在同一反应器中,添加具有在10:1至100:1的范围内的氨基醇/二烷基氧化锡组合物重量比的根据本发明的二烷基氧化锡组合物,以获得组合物,优选悬浮液;

[0052] -将所得组合物(优选悬浮液)的温度从40℃增加到70℃,持续30分钟至500分钟的时间,同时由于共沸蒸发而连续除去低级烷基醇,以回收(甲基)丙烯酸氨基烷基酯;

[0053] -任选地,纯化(甲基)丙烯酸氨基烷基酯。

[0054] 本发明方法中使用的溶剂优选是惰性溶剂,即不与所述氨基醇和所述(甲基)丙烯酸烷基酯反应的溶剂。所述溶剂通常是具有在C6至C12范围内的碳链的烷烃,其可以是线性的、环状的或支化的。优选的溶剂是己烷(线性C₆H₁₄),其与低分子量醇特别是与甲醇形成共沸混合物。

[0055] 所述纯化优选通过蒸馏进行。

[0056] 所述(甲基)丙烯酸氨基烷基酯优选是丙烯酸2-二甲基氨基乙酯或甲基丙烯酸2-二甲基氨基乙酯。

[0057] 本发明还涉及根据前述的本发明方法获得的(甲基)丙烯酸氨基烷基酯,特别是(甲基)丙烯酸2-二甲基氨基乙酯。

[0058] 本发明还涉及季铵化的(甲基)丙烯酸氨基烷基酯,特别是(甲基)丙烯酸2-二甲基氨基乙酯。技术人员知道如何进行此季铵化。例如用硫酸二甲酯、硫酸二乙酯、苄基氯或甲基氯或其混合物,优选用甲基氯进行所述季铵化,以将叔胺转化为季铵。

[0059] 本发明还涉及一种由季铵化的(甲基)丙烯酸氨基烷基酯,特别是由(甲基)丙烯酸2-二甲基氨基乙酯制得的聚合物。所述聚合物因此包含至少一种包含所述季铵化的(甲基)丙烯酸氨基烷基酯的单体单元。

[0060] 所述聚合物可以通过季铵化的(甲基)丙烯酸2-甲基氨基乙酯和至少一种选自以下列表中的单体的聚合获得:

[0061] -非离子单体:丙烯酰胺,甲基丙烯酰胺,N,N-二甲基丙烯酰胺,N,N-二乙基丙烯酰胺,N-乙基吡咯烷酮,N-乙基甲酰胺,N-乙基咪唑,聚乙二醇的甲基丙烯酸酯,二丙酮丙烯酰胺,N-异丙基丙烯酰胺,丙烯酸2-羟乙酯,丙烯酸2,3-二羟丙酯,甲基丙烯酸2-羟乙酯,甲基丙烯酸2,3-二羟丙酯,N-叔丁基丙烯酰胺,和它们的混合物。

[0062] -阴离子单体:未成盐、部分或完全成盐的丙烯酸、2-丙烯酰胺基-2-甲基丙磺酸(ABTS)、甲基丙烯酸、衣康酸、马来酸、磺酸烯丙酯,及其混合物,

[0063] -阳离子单体:二烯丙基二甲基氯化铵(DADMAC)、丙烯酰胺基二烷基氨基丙基、甲基丙烯酰胺基二烷基氨基丙基、甲基丙烯酸二烷基氨基烷基酯、丙烯酸二烷基氨基烷基酯、甲基丙烯酸二甲基氨基烷基酯、丙烯酸二甲基氨基烷基酯和它们的酸化或季铵化的盐,以及它们的混合物,

[0064] -结构剂:多烯键式不饱和单体(即具有至少两个不饱和官能团的单体),例如乙烯基,优选烯丙基、丙烯酸基和环氧官能团,例如亚甲基双丙烯酰胺(MBA)、三烯丙基胺、氯化四烯丙基铵,或通过大分子引发剂如聚过氧化物,多偶氮化合物和转移聚合剂(transfer polyagent)如聚硫醇聚合物,和它们的混合物。

[0065] 阳离子单体的烷基基团可以是线性的、环状的(取代或未取代)或支化的。它们可以相同或不同。他们具有优选在1与10之间,更优选1与8之间,更优选1与4之间的碳原子数,甚至更优选所述烷基基团是甲基或乙基。

[0066] 可以使用任何聚合方法,如凝胶聚合,液体或乳液聚合。所述聚合物可以以任何形式获得,如粉末、乳液、分散体或溶液。本发明的聚合物优选是水溶性的,但也可以是水溶胀性的。

[0067] 根据本发明的聚合物在分子量方面不受限制。所述聚合物优选具有在5,000g/mol与100,000g/mol之间的重均分子量,或在100,000g/mol与1,000,000g/mol之间的重均分子量,或在1,000,000g/mol与30百万g/mol之间的重均分子量。所述重均分子量优选通过凝胶渗透色谱法(GPC)测定。

[0068] 本发明还涉及本发明的聚合物在水处理、污泥脱水、造纸工艺、农业、化妆品和洗涤组合物、纺织工艺、油气回收工艺如强化采油、压裂、采矿操作如尾矿处理中的用途。

[0069] 本发明还涉及本发明的聚合物作为分散剂、凝结剂、絮凝剂、增稠剂、研磨剂、减阻剂、超吸收剂的用途。

[0070] 本发明提供了一种新的、独特的、高度浓缩的且稳定的二烷基氧化锡组合物(优选悬浮液),其可以成功地用作催化剂,以通过(甲基)丙烯酸烷基酯和氨基醇的酯交换生产(甲基)丙烯酸氨基烷基酯,优选(甲基)丙烯酸2-二甲基氨基乙酯。

[0071] 所述新的二烷基氧化锡组合物允许改善酯交换反应。所述反应简单,能耗较低,产生较少废物流。此外,由于所述新的组合物的使用,改善了(甲基)丙烯酸氨基烷基酯的生产率,因为它能减少诱发时间和反应时间。最后,不使用DBTO的细颗粒(小于2000 μm ,通常小于1000 μm),从而解决了操作二烷基氧化锡的使用者的风险和健康问题。

[0072] 本发明的组合物中的颗粒平均直径优选地在200 μm 与2000 μm 之间,更优选300 μm 与1500 μm 之间。

[0073] 现将用以下实施例更详细地说明本发明。

具体实施方式

[0074] 对比例1

[0075] 使用具有300 μm 粒度分布的固体DBTO作为催化剂,通过丙烯酸甲酯与二甲基氨基乙醇的酯交换来制备丙烯酸2-二甲基氨基乙酯,如文献US2012/0123148中所描述的。

[0076] 对比例2

[0077] 用具有150 μm 粒度分布的固体DBTO进行与对比例1相同的方法。

[0078] 根据本发明的实施例

[0079] 将具有300 μm 粒度分布的固体DBTO装入由SNF提供的PSU设备的润湿锥中,如文献US 8,186,871中所描述的。在润湿锥的下部(初级入口回路)中添加由丙烯酸甲酯和二甲基氨基乙醇(1:1重量比)的混合物组成的第一润湿溶液,并将与第一润湿溶液相同的第二润湿溶液喷洒在研磨室中以获得包含85重量%的二烷基氧化锡的悬浮液。将所得悬浮液转移到容器中,并在80 $^{\circ}\text{C}$ 下加热120分钟,同时轻轻搅拌。所得悬浮液是稳定的。包含于所述悬浮液中的二烷基氧化锡以90%w的比率溶解。

[0080] 使用所得DBTO悬浮液作为催化剂,通过丙烯酸甲酯与二甲基氨基乙醇的酯交换来制备丙烯酸2-二甲基氨基乙酯,如文献US 2012/0123148中所描述的。

[0081] 反应参数描述于表1中。

[0082]	诱发时间 (min)	反应时间 (h)	反应产率 (%)
对比例1	60	10	89%
对比例2	30	9.5	90%
实施例	5	8	93%

[0083] 表1-反应参数

[0084] 在对比例2中粒度减小允许减少诱发时间并稍微减少反应时间,但是由于DBTO粉末而产生健康问题。

[0085] 使用根据本发明的DBTO组合物允许显著减少诱发时间,将反应时间减少20%,并导致较好的产率,而没有如对比例2中的粉末的缺点。

[0086] 当甲基丙烯酸甲酯被丙烯酸甲酯代替时,观察到类似的性能。

[0087] 将根据本发明方法获得的相应单体季铵化,并用于制备丙烯酰胺和季铵化形式的(甲基)丙烯酸氨基烷基酯(20mol%/80mol%)的共聚物。所述聚合物成功地用于絮凝废水。