



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẢNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN) (11)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ



1-0048478

(51)^{2021.01} C07C 233/05; C22B 59/00; C22B 3/32; (13) B
C07C 231/02; C07C 233/09

(21) 1-2022-03766

(22) 24/06/2021

(86) PCT/CN2021/102010 24/06/2021

(87) WO 2022/266919 29/12/2022

(45) 25/07/2025 448

(43) 27/01/2023 418A

(73) FUJIAN GOLDEN DRAGON RARE-EARTH Co., Ltd. (CN)

Industrial New Developed Zone, Changting, Longyan, Fujian 366300, China

(72) WANG, Yanliang (CN); XIAO, Wentao (CN); WU, Yuyuan (CN); LIN, Jinchi (CN).

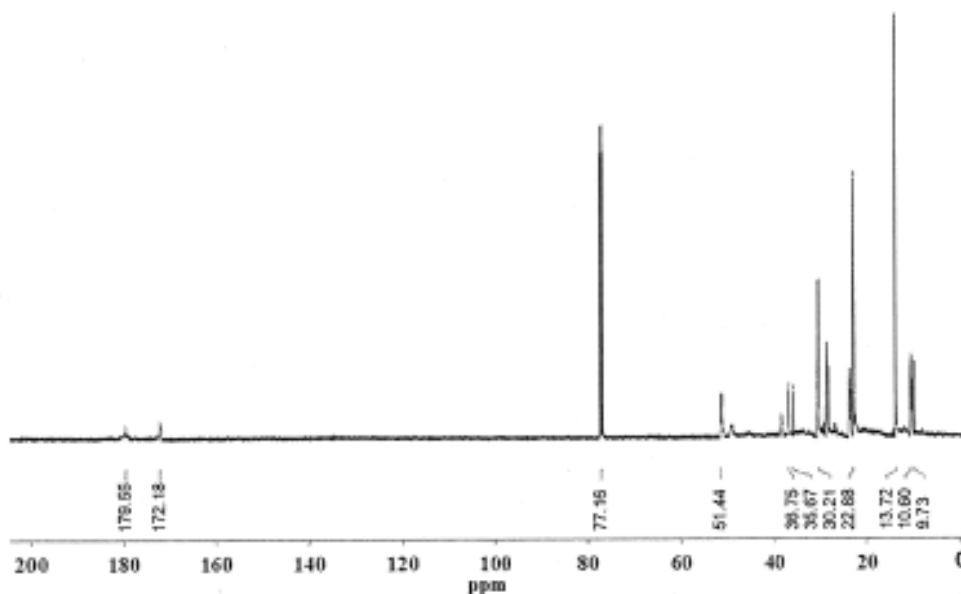
(74) Công ty TNHH IPCELLS & Cộng Sự (IPCELLS & ASSOCIATED CO.,LTD)

(54) HỢP CHẤT AXIT N,N-DIHYĐROCACBONYL AMIT CARBOXYLIC VÀ
PHƯƠNG PHÁP ĐIỀU CHẾ NÓ

(21) 1-2022-03766

(57) Sáng chế đề cập đến hợp chất axit N,N-đihydrocacbonyl amit carboxylic, phương pháp điều chế hợp chất này. Axit N,N-đihydrocacbonyl amit carboxylic có thể được sử dụng làm chất chiết để làm giàu các nguyên tố đất hiếm từ nguyên liệu thô chứa các nguyên tố đất hiếm nồng độ thấp, tách và tinh chế nguyên tố ytri ra khỏi các nguyên liệu thô đất hiếm đã trộn, và tách các nguyên tố như nhôm, sắt, thori phóng xạ, urani phóng xạ và actinit từ nguyên liệu thô đất hiếm đã trộn v.v. Hợp chất này có thể được tổng hợp một cách đơn giản và tiết kiệm chi phí. Dưới dạng một chất chiết, nó có độ ổn định hóa học tốt và có thể chịu được axit mạnh và kiềm mạnh mà không bị phân hủy.

Fig. 2



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến lĩnh vực kỹ thuật tổng hợp các hợp chất hữu cơ, cụ thể hơn sáng chế đề cập đến phương pháp điều chế và sử dụng axit N,N-dihydrocacbonyl amit carboxylic.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các nguyên tố đất hiếm để chỉ 17 nguyên tố kim loại bao gồm 15 lantanoit có số nguyên tử từ 57 đến 71 trong bảng tuần hoàn các nguyên tố, và scandi có số nguyên tử là 21 và ytri có số nguyên tử là 39, chúng có các tính chất hóa học tương tự với lantanoit. Các nguyên tố đất hiếm có các tính chất từ tính, quang học và điện độc đáo, và được gọi là “vitamin công nghiệp”. Chúng được sử dụng rộng rãi trong công nghiệp luyện kim, công nghiệp hóa dầu, gốm sứ thủy tinh, công nghiệp năng lượng, công nghiệp quân sự và các lĩnh vực khác, và là các vật liệu thô cơ bản quan trọng cho sự phát triển của xã hội loài người.

Hiện nay, quá trình khai thác các khoáng sản đất hiếm trong tự nhiên bao gồm các bước: ngâm chiết các ion đất hiếm bằng chất ngâm chiết để thu được dung dịch ngâm chiết đất hiếm, và sau đó chiết và tách từng ion đất hiếm thông qua chiết bằng dung môi. Sự phát triển của chất chiết là công nghệ cốt lõi của quy trình chiết dung môi, và nhiều yếu tố phải được xem xét khi chọn chất chiết cho kim loại đất hiếm được sử dụng trong công nghiệp, như độ chọn lọc chiết, tốc độ chiết, khả năng chiết, độ ổn định của hợp chất, độ hòa tan, hiệu suất chiết lại, độ an toàn, phương pháp tổng hợp và nguồn v.v.. Chất chiết tuyệt vời là một phần triệu, và chất chiết tốt có thể làm đơn giản hóa quy trình sản xuất, nâng cao hiệu quả tách, giảm chi phí sản xuất và giảm thải ô nhiễm.

Các sản phẩm chất chiết có sẵn trên thị trường thường được biết đến trong lĩnh vực này bao gồm chất chiết phosphin hữu cơ, chất chiết axit carboxylic và chất chiết amin. Chất chiết phosphin hữu cơ bao gồm mono (2-ethylhexyl)este của axit axít phosphonic (P507), axit di(2-ethylhexyl) phosphonic (P204), axit di(2,4,4-trimethylpentyl) phosphinic (C272) và tributyl phosphonat(TBP) và các chất tương tự, chất chiết amin bao gồm tri-n-octylamin (N235), amin bậc một ở cacbon bậc hai (N1923), methyl

trioctyl amoni clorua (N263) và các chất tương tự, và chất chiết axit carboxylic bao gồm axit naphtenic, axit neodecanoic, axit octyl phenoxyaxetic thứ bậc hai (CA-12) và các axit tương tự.

Các chất chiết có sẵn trên thị trường vẫn còn một số nhược điểm. Ví dụ, P507 là chất chiết được sử dụng rộng rãi nhất trong công nghiệp tách đất hiếm, nhưng hệ số tách của nó đối với các nguyên tố đất hiếm liên kề là thấp. Ví dụ, hệ số tách đối với praseodym và neodim chỉ là 1,4, điều này gây khó khăn cho việc tách các nguyên tố praseodym và neodim. Axit naphtenic được sử dụng chủ yếu để tách và tinh chế oxit ytri. Tuy nhiên, axit naphtenic là một sản phẩm phụ của ngành công nghiệp hóa dầu và thành phần của nó là phức tạp, vì vậy các nguyên tố đất hiếm có thể được chiết dưới điều kiện pH cao hơn. Sau thời gian dài sử dụng, thành phần của nó là dễ thay đổi, dẫn đến giảm nồng độ pha hữu cơ và ảnh hưởng đến sự ổn định của quá trình tách. Chất chiết CA-12 đã được thử nghiệm để thay thế axit naphtenic, axit này có thể tách ytri hiệu quả từ tất cả lantanoid trong quy trình chiết và tách các nguyên tố đất hiếm và có thể khắc phục các nhược điểm là nồng độ pha hữu cơ giảm khi ytri được chiết và tách bằng axit naphtenic. Tuy nhiên, hệ số tách đối với các nguyên tố đất hiếm nặng và ytri trong hệ thống chiết là thấp, điều này dẫn đến khó tách các nguyên tố đất hiếm ra khỏi ytri, do vậy, cần thiết kể thêm các tầng của bể chiết để đạt được hiệu quả tách.

Axit amit carboxylic là một loại chất chiết mới chứa các phối tử N và O, và có độ chọn lọc nhất định để chiết các ion kim loại chuyển tiếp, cấu trúc hóa học ổn định và động học chiết nhanh, vì vậy, đây là một chất chiết triển vọng.

Tình trạng kỹ thuật đã biết bộc lộ các phương pháp điều chế các hợp chất axit amit carboxylic khác nhau, ví dụ, CN109824532A bộc lộ phương pháp mới để tổng hợp N,N,N',N'-tetraoctyl-3-oxopentanediamit (TODGA) bao gồm các bước sau: (1) axit diglycolic phản ứng với SOCl_2 để thu được diglycolyl clorua, sau đó phản ứng với amin để thu được một phần TODGA; (2) các thành phần hòa tan được trong nước được loại bỏ ra khỏi sản phẩm phụ, và sau đó thu được axit monooxamidcarboxylic bằng cách tách sản phẩm; (3) axit monooxamidcarboxylic phản ứng với amin để thu được thêm một phần TODGA. Quy trình này kết hợp các đặc điểm của các quy trình hiện có và có năng suất cao.

CN104529861A đề xuất phương pháp tổng hợp nhựa phenolic loại dòng có trọng lượng phân tử thấp đã biến đổi bởi imit, phương pháp này bao gồm các bước sau: trong N,N-đimetylformamit hoặc dung môi hỗn hợp chủ yếu chứa N,N-đimetylformamit, para-aminophenol phản ứng với anhydrit và axit đicarboxylic để thu được hợp chất axit phenolic amit carboxylic, và sau đó hợp chất axit phenolic amit carboxylic và 2,6-đimetylol p-cresol trải qua phản ứng đa ngưng tụ và phản ứng đóng vòng khử nước dưới sự xúc tác của các chất xúc tác axit, như axit oxalic v.v., để thu được nhựa phenolic loại dòng có trọng lượng phân tử thấp đã biến đổi bởi imit.

CN106892835A bộc lộ phối tử bis-điglycidyl amit, phương pháp điều chế phối tử này và hệ thống tách và chiết lantanit/actini chứa phối tử bis-điglycidyl amit, trong đó hệ thống tách và chiết được tạo ra bằng cách trộn một pha hữu cơ và một pha nước với thể tích bằng nhau, và pha hữu cơ chứa N,N,N',N',N'',N''-hexa-n-octyl nitrilotriaxetamit với nồng độ mol 0,1-0,7 mol/L làm chất chiết. N,N,N',N',N'',N''-hexa-n-octyl nitrilotriaxetamit trong hệ thống chiết của sáng chế này có cấu trúc tam giác dị vòng không-N độc đáo, cấu trúc này không chỉ có thể nâng cao hiệu quả khả năng chống bức xạ của hệ thống chiết mà còn không tạo ra các chất ô nhiễm thứ cấp, điều này có lợi cho môi trường. Phối tử bis-điglycidyl amit hòa tan được trong nước được sử dụng làm tác nhân che trong hệ thống chiết, điều này có khuynh hướng tạo phức với các lantanit hơn, và có thể chặn hiệu quả lantanit trong pha nước, vì vậy, thực hiện hóa quá trình tách có chọn lọc actini và lantanit.

Từ những điều trên đây, có thể thấy rằng mặc dù lĩnh vực kỹ thuật đề xuất các phương pháp điều chế axit amit carboxylic, phương pháp này không cung cấp hợp chất axit amit carboxylic mà có thể tách hiệu quả hơn các nguyên tố đất hiếm và phương pháp chiết tách chất này. Để tách các nguyên tố đất hiếm hiệu quả hơn, cần phát triển một chất chiết mới có hệ số tách cao hơn so với các chất đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này và có thể khắc phục các nhược điểm trong lĩnh vực kỹ thuật này, và phương pháp chiết tách sử dụng chất này.

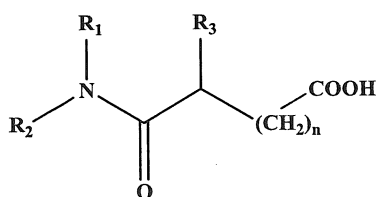
Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Để khắc phục các vấn đề còn tồn tại trong lĩnh vực kỹ thuật này, mục đích của sáng chế là đề xuất phương pháp điều chế và sử dụng axit N,N-đihydrocacbonyl amit carboxylic. Axit N,N-đihydrocacbonyl amit carboxylic có thể được sử dụng làm chất

chiết để tách và tinh chế các nguyên tố đất hiếm đã lựa chọn từ dung dịch cấp chứa đất hiếm được trộn, cụ thể là để chiết và tách nguyên tố ytri từ các nguyên tố đất hiếm trộn lẫn.

Để đạt được mục đích này, sáng chế đề xuất giải pháp kỹ thuật dưới đây:

Theo khía cạnh thứ nhất, sáng chế đề xuất axit N,N-đihydrocarbonyl amit carboxylic với cấu trúc có công thức I dưới đây:



Công thức I

trong đó, mỗi R_1 và R_2 độc lập là hydrocarbonyl C6 hoặc nhiều cacbon hơn (ví dụ, C6, C7, C8, C9, C10, C11, C12, C13, C14, C15, C16, C17, C18, C19, C20, C22, C24, C26, C28, C30, C35, C40, v.v..) mạch thẳng hoặc mạch nhánh, bão hòa hoặc không bão hòa, và được thế hoặc không được thế;

R_3 là hydrocarbonyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, bão hòa hoặc không bão hòa, và được thế hoặc không được thế;

n là số tự nhiên từ 1 đến 10 (ví dụ, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10 v.v.).

Sáng chế đề xuất hợp chất axit amit carboxylic có cấu trúc được thể hiện bởi Công thức I dưới dạng chất chiết axit carboxylic để tách các nguyên tố đất hiếm và phương pháp chiết tách sử dụng chất này. Loại hợp chất này chưa được báo cáo là chất chiết các nguyên tố đất hiếm. Để làm chất chiết kim loại, loại hợp chất này có hệ số tách các nguyên tố đất hiếm cao, đặc biệt là tách các nguyên tố đất hiếm nặng và nguyên tố ytri, và có thể khắc phục các nhược điểm của axit naphtenic trong việc tách ytri.

Tốt hơn là, hydrocarbonyl là chất bất kỳ được chọn từ nhóm bao gồm alkyl được thế, alkenyl được thế và alkynyl được thế, trong đó phần tử thế của alkyl được thế, alkenyl được thế và alkynyl được thế, mỗi loại này độc lập là một hoặc sự kết hợp của ít nhất hai chất được chọn từ nhóm bao gồm halogen, hydroxyl, carboxyl, axyl, nhóm este, nhóm ete, alkoxy, phenyl, phenoxy, amino, amido, nitơ, xyano, mercapto, sulfonyl,

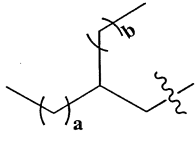
thiol, imino, sulfonyl và sulfanyl. Tốt hơn là, các phân tử thể mỗi phân tử thể độc lập là halogen.

Tốt hơn là, mỗi R_1 và R_2 độc lập là C6-C30 hydrocarbonyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, bão hòa hoặc không bão hòa, và được thể hoặc không được thể; tốt hơn là C6-C18 hydrocarbonyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, bão hòa hoặc không bão hòa, và được thể hoặc không được thể.

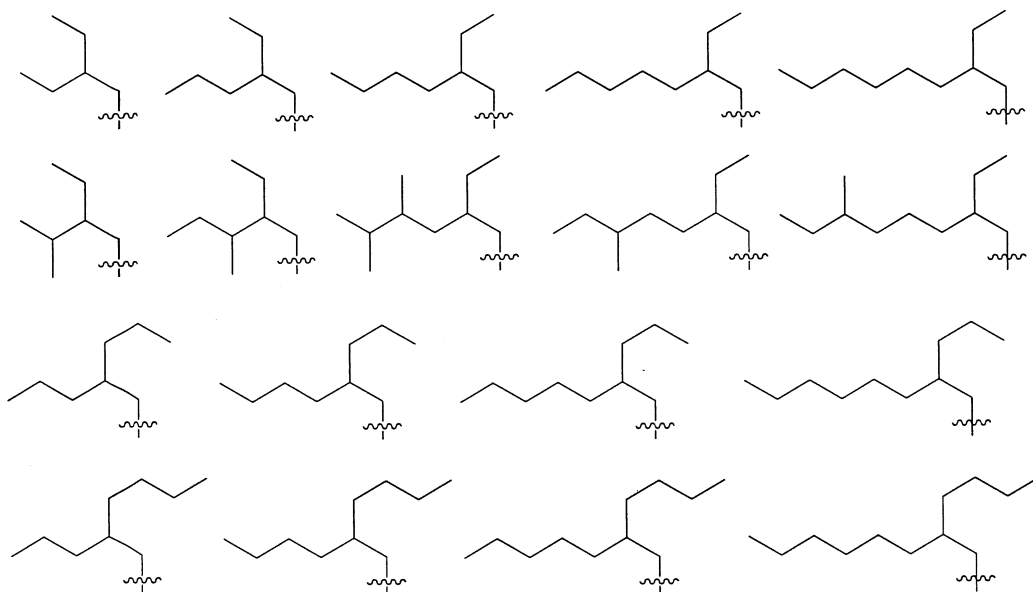
Tốt hơn là, mỗi R_1 và R_2 độc lập là hydrocarbonyl C6 hoặc nhiều cacbon hơn mạch thẳng hoặc mạch nhánh, bão hòa hoặc không bão hòa, và được thể hoặc không được thể, như (C6, C7, C8, C9, C10, C11, C12, C13, C14, C15, C16, C17, C18, C19, C20, C22, C24, C26, C28, C30, C35, C40 v.v) alkyl, alkenyl, alkynyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, và không bão hòa, tốt hơn là C6-C30 hydrocarbonyl mạch nhánh, bão hòa hoặc không bão hòa, và không được thể; tốt hơn nữa là C6-C10 hydrocarbonyl mạch nhánh, bão hòa hoặc không bão hòa, và không được thể.

Tốt hơn là, mỗi R_1 và R_2 độc lập là alkyl C6-C30 mạch thẳng hoặc mạch nhánh, và không được thể; tốt hơn là C6-C18 alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh và không được thể; và tốt hơn nữa là C6-C10 alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh và không được thể.

Tốt hơn là, n là số tự nhiên từ 1 đến 6.

Tốt hơn là, mỗi R_1 và R_2 độc lập là , trong đó $2 \leq a+b \leq 10$,  là vị trí liên kết.

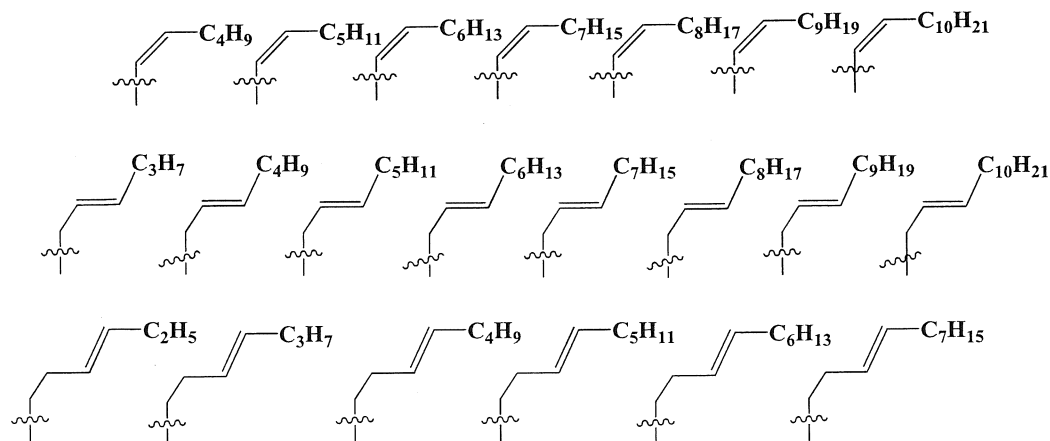
Tốt hơn là, mỗi R_1 và R_2 độc lập là nhóm bất kỳ được chọn từ các nhóm sau, trong đó,  là vị trí liên kết.



Tốt hơn là, R_3 được chọn từ hydrocarbonyl C6 hoặc nhiều cacbon hơn hơn (như, C6, C7, C8, C9, C10, C11, C12, C13, C14, C15, C16, C17, C18, C19, C20, C30, C40, v.v.) mạch thẳng hoặc mạch nhánh, bão hòa hoặc không bão hòa, và được thế hoặc không được thế, tốt hơn là C6-C30 hydrocarbonyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, bão hòa hoặc không bão hòa, và được thế hoặc không được thế.

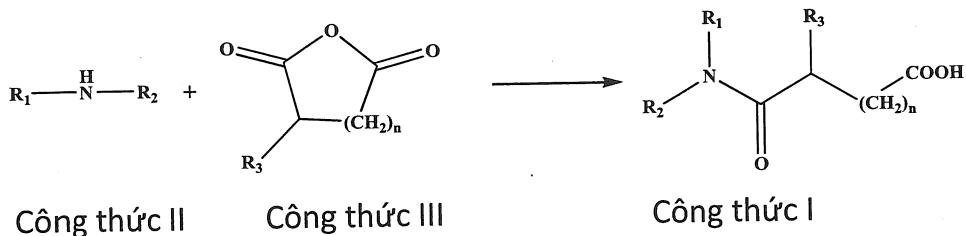
Tốt hơn là, R_3 được chọn từ hydrocarbonyl C6 hoặc nhiều cacbon hơn hơn (như C6, C7, C8, C9, C10, C11, C12, C13, C14, C15, C16, C17, C18, C19, C20, v.v.) mạch thẳng hoặc mạch nhánh, bão hòa và không được thế, tốt hơn là C10 mạch thẳng hoặc alkenyl nhiều hơn; và tốt hơn là C10-C18 alkenyl mạch thẳng.

Tốt hơn là, R_3 là nhóm bất kỳ được chọn từ nhóm bao gồm các nhóm sau, trong đó,  là vị trí liên kết.



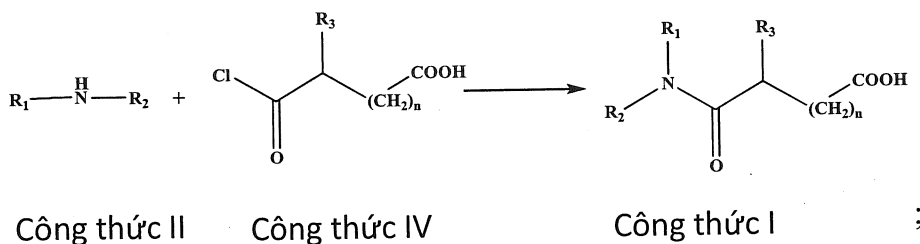
Theo khía cạnh thứ hai, sáng chế đề xuất phương pháp điều chế axit N,N-đihydrocacbonyl amit carboxylic theo khía cạnh thứ nhất, bao gồm các bước sau:

trộn và phản ứng amin bậc hai N,N-đihydrocacbonyl có công thức II và hợp chất anhydrit có công thức III để thu được axit N,N-đihydrocacbonyl amit carboxylic có công thức I, như được thể hiện theo Sơ đồ phản ứng dưới đây:



trong đó, R₁, R₂ và R₃ là được xác định theo khía cạnh thứ nhất, và n là số tự nhiên từ 1 đến 10;

Hoặc trộn và phản ứng amin bậc hai N,N-đihydrocacbonyl có công thức II và axit carboxylic monoaxyl clorua có công thức IV để thu được axit N,N-đihydrocacbonyl amit carboxylic có công thức I, như được thể hiện trong Sơ đồ phản ứng sau:



trong đó, R₁, R₂ và R₃ được xác định theo khía cạnh thứ nhất, và n là số tự nhiên từ 1 đến 10.

Tốt hơn là, tỷ lệ mol của amin bậc hai N,N-đihydrocacbonyl có công thức II với hợp chất anhydrit có công thức III là 1 : (0,8-1,2). Ví dụ, có thể là 1 : 0,8, 1 : 0,9, 1 : 1, 1 : 1,1, 1 : 1,2 v.v.

Tốt hơn là, tỷ lệ mol của amin bậc hai N,N-đihydrocacbonyl có công thức II với axit carboxylic monoaxyl clorua có công thức IV là 1 : (0,8-1,2). Ví dụ, có thể là 1 : 0,8, 1 : 0,9, 1 : 1, 1 : 1,1, 1 : 1,2 v.v.

Tốt hơn là, nhiệt độ để trộn và phản ứng amin bậc hai N,N-đihydrocacbonyl có công thức II và hợp chất anhydrit có công thức III là từ 0 đến 125 °C, ví dụ, 0 °C, 5 °C, 10 °C, 15 °C, 20 °C, 25 °C, 30 °C, 35 °C, 40 °C, 50 °C, 60 °C, 70 °C, 80 °C, 90 °C, 95 °C,

100 °C, 105 °C, 110 °C, 115 °C, 120 °C, 125 °C v.v. Thời gian trộn và phản ứng là 0,5-4 giờ, ví dụ, 0,5 giờ, 0,6 giờ, 0,8 giờ, 1 giờ, 1,2 giờ, 1,4 giờ, 1,6 giờ, 1,8 giờ, 2 giờ, 2,2 giờ, 2,4 giờ, 2,6 giờ, 2,8 giờ, 3 giờ, 3,2 giờ, 3,4 giờ, 3,6 giờ, 3,8 giờ, 4 giờ.

Tốt hơn là, nhiệt độ để trộn và phản ứng amin bậc hai N,N-dihydrocacbonyl có công thức II và axit carboxylic monoaxyl clorua có công thức IV là từ 0 đến 125°C, ví dụ, 0 °C, 5 °C, 10 °C, 15 °C, 20 °C, 25 °C, 30 °C, 35 °C, 40 °C, 50 °C, 60 °C, 70 °C, 80 °C, 90 °C, 95 °C, 100 °C, 105 °C, 110 °C, 115 °C, 120 °C, 125 °C v.v. Thời gian trộn và phản ứng là từ 0,5-4 giờ, ví dụ 0,5 giờ, 0,6 giờ, 0,8 giờ, 1 giờ, 1,2 giờ, 1,4 giờ, 1,6 giờ, 1,8 giờ, 2 giờ, 2,2 giờ, 2,4 giờ, 2,6 giờ, 2,8 giờ, 3 giờ, 3,2 giờ, 3,4 giờ, 3,6 giờ, 3,8 giờ, 4 giờ v.v.

Tốt hơn là, amin bậc hai N,N-dihydrocacbonyl có công thức II và hợp chất anhydrit có công thức III được trộn và phản ứng trong điều kiện không có dung môi hoặc trong dung môi trơ.

Tốt hơn là, amin bậc hai N,N-dihydrocacbonyl có công thức II và axit carboxylic monoaxyl clorua có công thức IV được trộn và phản ứng trong điều kiện không có dung môi hoặc trong dung môi trơ.

Theo sáng chế này, điều đáng nói là phản ứng cũng có thể được thực hiện trong điều kiện không có dung môi, và hợp chất có cấu trúc có công thức II và hợp chất có cấu trúc có công thức III được trộn và phản ứng trực tiếp.

Tốt hơn là, dung môi trơ được chọn từ một hoặc sự kết hợp của ít nhất hai dung môi được chọn từ nhóm bao gồm hexan, điclorometan, ete dầu mỏ, toluen, xylen hoặc dầu hỏa.

Theo khía cạnh thứ ba, sáng chế đề xuất việc sử dụng axit N,N-dihydrocacbonyl amit carboxylic theo khía cạnh thứ nhất trong điều chế chất chiết để tách các nguyên tố đất hiếm.

Tốt hơn là, việc tách các nguyên tố đất hiếm đặc biệt đề cập đến việc chiết và tách nguyên tố ytri từ một hỗn hợp các nguyên tố đất hiếm.

So với tình trạng kỹ thuật, sáng chế có các ưu điểm sau.

(1)Axit amit carboxylic được đề xuất theo sáng chế có thể được sử dụng để làm giàu các nguyên tố đất hiếm từ các nguyên liệu thô chứa các nguyên tố đất hiếm nồng độ thấp, tách và tinh chế nguyên tố ytri từ nguyên liệu thô đất hiếm đã trộn, loại bỏ các

nguyên tố như nhôm, sắt, thori phóng xạ, urani phóng xạ và actinit từ các nguyên liệu thô đất hiếm đã trộn và các lĩnh vực khác.

(2) Axit amit carboxylic được đề xuất theo sáng chế có tính ổn định hóa học tốt và có thể chịu được axit mạnh và bazơ mạnh mà không bị phân hủy.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1 là phổ cộng hưởng từ hạt nhân proton của axit carboxylic N, N-đihydrocarbonyl amit được tạo ra trong Ví dụ 1.

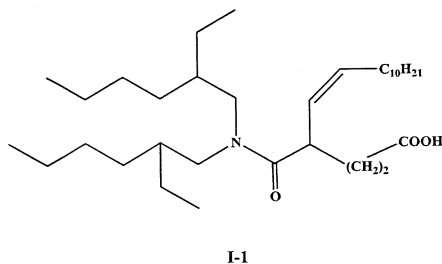
Fig.2 là phổ cacbon NMR của axit carboxylic N, N-đihydrocarbonyl amit được tạo ra trong Ví dụ 1.

Mô tả chi tiết sáng chế

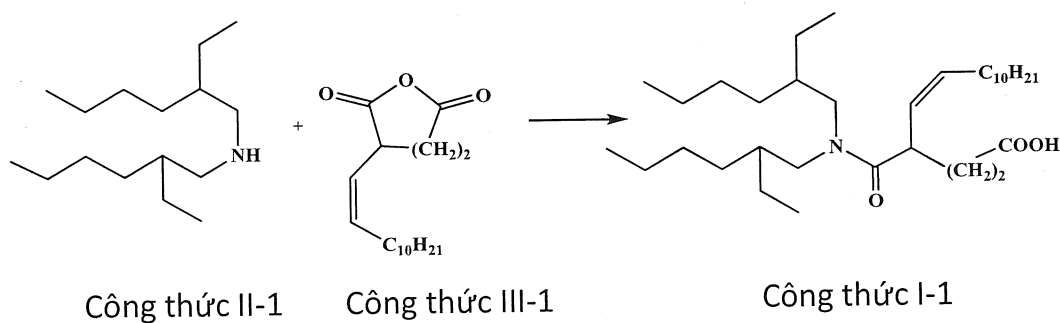
Dưới đây, giải pháp kỹ thuật của sáng chế sẽ được giải thích thêm cùng với việc viện dẫn đến các hình vẽ và phương án cụ thể. Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật tương ứng cần hiểu rằng việc mô tả chi tiết nhằm hiểu rõ hơn về sáng chế và không được coi là làm giới hạn cụ thể sáng chế.

Ví dụ 1

Ví dụ này đề cập đến hợp chất I-1 có công thức I, có công thức cấu tạo như sau:



Hợp chất I-1 được điều chế bằng quy trình tổng hợp sau:



Phương pháp tổng hợp có thể được thực hiện trong điều kiện có hoặc không có dung môi, và phương pháp tổng hợp có dung môi là như sau:

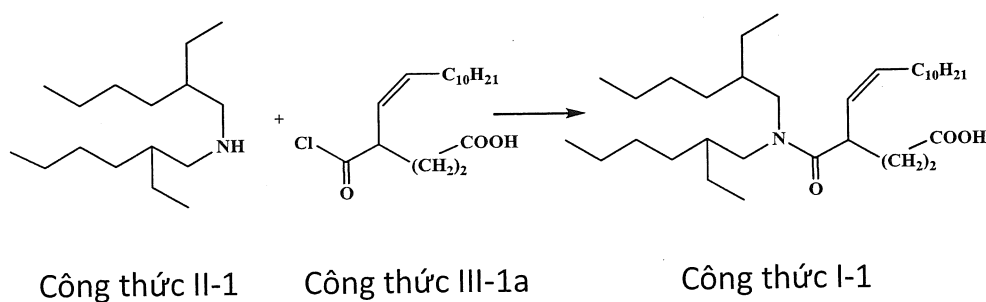
(1) Amin bậc hai N,N-diisooctyl (24,2 g, 0,10 mol) có công thức II-1 được hòa tan trong toluen (20mL) để thu được dung dịch 1; hợp chất anhydrit đodexenyl glutaric (26,7 g, 0,10 mol) có công thức III-1 được hòa tan trong toluen (30mL) để thu được dung dịch 2;

(2) Dung dịch 1 được thêm vào dung dịch 2, hỗn hợp thu được như vậy được khuấy trong khi làm nóng đến nhiệt độ đến 80°C và sau đó giữ ở nhiệt độ 80°C trong hai giờ. Sau khi kết thúc phản ứng, loại bỏ dung môi tro bằng cách cô đặc trong chân không để thu được hợp chất I-1.

Phương pháp tổng hợp không có dung môi như sau:

Amin bậc hai N,N-dihiđrocacbonyl có công thức II-1 (24,2 g, 0,10 mol) và hợp chất anhydrit có công thức III-1 (28,2 g, 0,10 mol) được trộn trực tiếp để tạo thành dung dịch hỗn hợp, và dung dịch hỗn hợp được khuấy trong khi làm nóng đến nhiệt độ 80°C và sau đó được giữ ở nhiệt độ 80°C trong hai giờ. Sau khi kết thúc phản ứng, thu được hợp chất I-1.

Hoặc amin bậc hai N,N-dihiđrocacbonyl có công thức II-1 và hợp chất axit carboxylic- monoaxyl clorua có công thức III-1a được trộn và phản ứng, như được thể hiện trong Sơ đồ phản ứng sau đây:

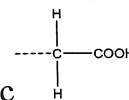


Phương pháp tổng hợp như sau: amin bậc hai N,N-dihiđrocacbonyl có công thức II-1 ((24,2 g, 0,10 mol) và hợp chất axit carboxylic- monoaxyl clorua có công thức III-1a (31,7 g, 0,10 mol) được trộn trực tiếp để tạo ra dung dịch hỗn hợp, và dung dịch hỗn hợp được khuấy trong khi làm nóng đến nhiệt độ 80°C và sau đó được giữ ở nhiệt độ 80°C trong hai giờ. Sau khi kết thúc phản ứng, thu được hợp chất I-1.

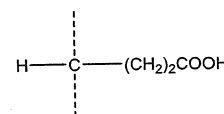
Theo sáng chế, hợp chất I-1 được phân tích bằng phổ cộng hưởng từ hạt nhân và kết quả được thể hiện trên Fig.1 và Fig.2.

Kết quả phân tích phổ hydro NMR (Fig.1) như sau: ^1H NMR (500 MHz, CDCl_3), δ 10,58 (1H), 5,21 (1H), 4,91 (1H), 3,06 (5H), 2,77(2H), 1,95(2H), 1,92(2H), 1,84(2H), 1,56(4H), 1,33(2H), 1,31(8H), 1,29(2H), 1,26(12H), 1,17(4H), 0,99(6H), 0,81(9H).

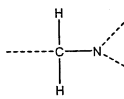
Trong số đó, các đỉnh ở 0,81~1,95 được ấn định cho hydro của chuỗi alkyl trong hợp chất I-1; đỉnh tại 2,77 được ấn định cho hydro của metylen trong cấu trúc



đỉnh tại 3,06 được ấn định cho hydro của metylin trong cấu trúc

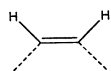


hydro của metylen trong cấu trúc



; các đỉnh tại 4,91 và 5,21 được ấn định cho

hai hydro của olefin trong cấu trúc

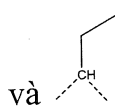
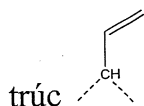


; và đỉnh tại 10,58 được ấn định cho hydro

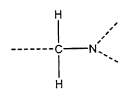
của carboxyl.

Phân tích phổ cacbon NMR (Fig.2) như sau: ^{13}C NMR (500 MHz, CDCl_3), δ 179,5, 172,1, 128,9, 128,3, 51,4(2C), 36,7(2C), 35,6, 33,0, 32,0(2C), 31,9, 29,9, 30,2(2C), 29,7, 29,7, 29,6, 29,6, 29,3(2C), 29,3, 27,7, 27,3, 22,8(2C), 22,8, 13,7(2C), 13,7, 10,6(2C).

Trong số đó, các đỉnh tại 10,6~30,2 được ấn định cho cacbon của chuỗi alkyl trong hợp chất I-1; các đỉnh tại 35,6 và 36,7 được ấn định cho cacbon của metylin trong cấu



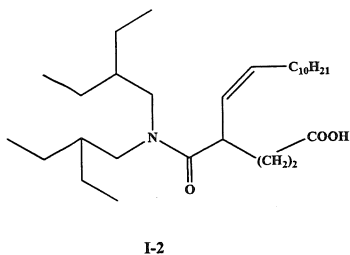
trúc ; đỉnh tại 51,4 được ấn định cho cacbon của metylen trong cấu trúc



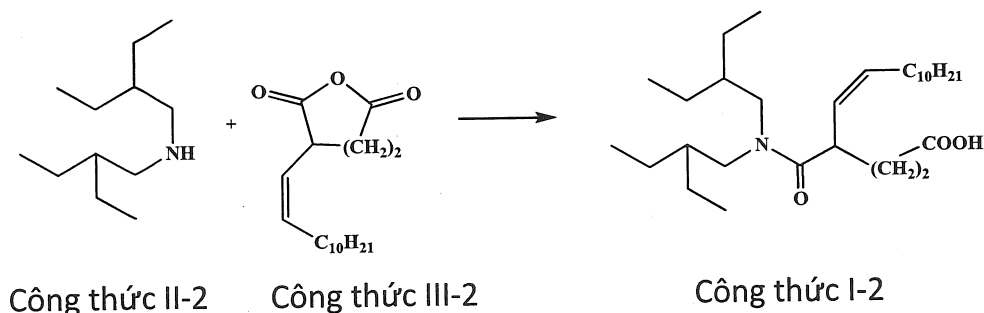
; đỉnh tại 172,1 được ấn định cho cacbon của amit cacbonyl và đỉnh tại 179,5 được ấn định cho cacbon của carboxyl.

Ví dụ 2

Ví dụ dưới đây đề cập đến hợp chất I-2 có công thức I, có cấu trúc sau:



Hợp chất I-2 được điều chế bằng quy trình tổng hợp sau:



(1) Amin bậc hai N,N-diisohexyl có công thức II-2 (18,5 g, 0,10 mol) được hòa tan trong hexan (20mL) để thu được dung dịch 1; hợp chất anhydrit dodecenyyl glutaric có công thức III-2 (26,7 g, 0,10 mol) được hòa tan trong hexan (30mL) để thu được dung dịch 2;

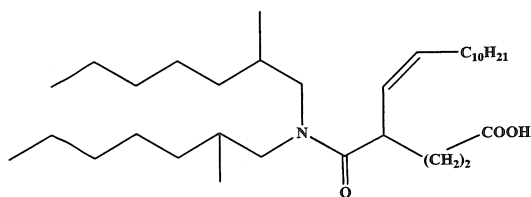
(2) Dung dịch 1 được thêm vào dung dịch 2, và dung dịch hỗn hợp được khuấy trong khi làm nóng đến nhiệt độ 80°C và sau đó được giữ ở nhiệt độ 80°C trong hai giờ. Sau khi kết thúc phản ứng, loại bỏ dung môi trơ bằng cách cô đặc trong chân không để thu được hợp chất I-2.

Đặc trưng NMR của hợp chất I-2: ^1H NMR(500 MHz, CDCl_3), δ 10,58 (1H), 5,21 (1H), 4,91 (1H), 3,12 (4H), 3,02(1H), 2,33(2H), 1,94(2H), 1,92(2H), 1,84(2H), 1,33(2H), 1,30(4H), 1,29(2H), 1,26(8H), 1,20(8H), 0,99(12H), 0,88(3H).

^{13}C NMR(500 MHz, CDCl_3), δ 178,4, 170,8, 128,9, 128,3, 52,1(2C), 39,7(2C), 37,4, 33,0, 31,9, 29,9, 29,7, 29,7, 29,6, 29,6, 29,3, 27,7, 27,3, 25,7(4C), 22,7, 14,1, 11,6(4C).

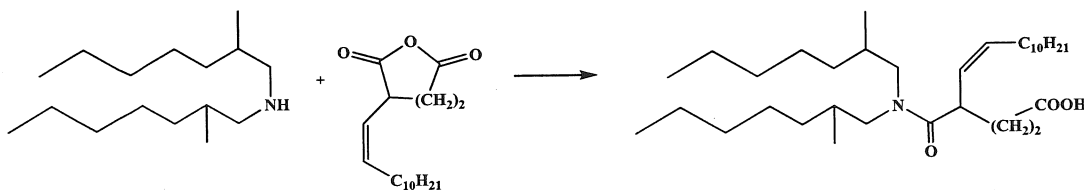
Ví dụ 3

Ví dụ này đề cập đến hợp chất I-3 có công thức I, có cấu trúc sau:



I-3

Hợp chất I-3 được điều chế bằng quy trình tổng hợp sau:



Công thức II-3

Công thức III-3

Công thức I-3

(1) Amin bậc hai N,N-dihiđrocacbonyl có công thức II-3 (24,2 g, 0,10 mol) được hòa tan trong ete dầu mỏ (20mL) để thu được dung dịch 1; hợp chất anhydrit đodexenyl glutaric có công thức III-3 (28,2 g, 0,10 mol) được hòa tan trong ete dầu mỏ (30mL) để thu được dung dịch 2;

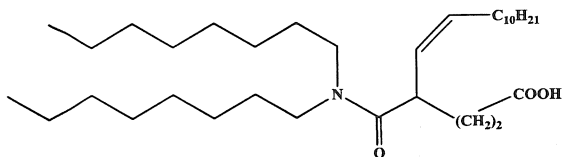
(2) Dung dịch 1 được thêm vào dung dịch 2, và vì vậy thu được hỗn hợp được khuấy trong khi làm nóng đến nhiệt độ 80°C và sau đó giữ ở nhiệt độ 80°C trong hai giờ. Sau khi kết thúc phản ứng, loại bỏ dung môi tro bằng cách cô đặc trong chân không để thu được hợp chất I-3.

Đặc trưng phổ NMR của Hợp chất I-3: ^1H NMR (500 MHz, CDCl_3), δ 10,58 (1H), 5,21 (1H), 4,91 (1H), 3,25(4H), 3,02 (1H), 2,37(2H), 2,12(2H), 1,94(2H), 1,85(2H), 1,33(2H), 1,30(4H), 1,29(2H), 1,28(4H), 1,26(8H), 1,25(4H), 1,24(4H), 1,19(4H), 0,93(6H), 0,88(6H), 0,87(3H).

^{13}C NMR (500 MHz, CDCl_3), δ 178,5, 170,1, 128,7, 128,1, 54,4(2C), 37,4, 34,8(2C), 33,0, 32,1(2C), 31,9, 30,8(2C), 29,9, 29,7, 29,7, 29,6, 29,6, 29,3, 27,7, 27,3, 26,5(2C), 22,7(2C), 22,7, 18,4(2C), 14,1(2C), 14,0.

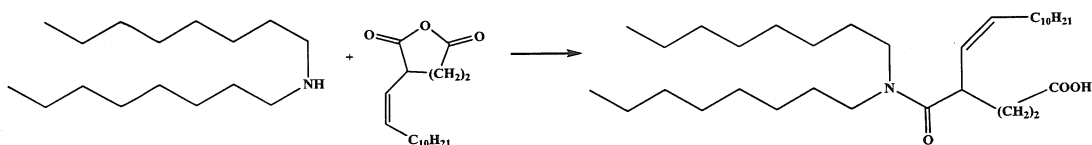
Ví dụ 4

Ví dụ này đề cập đến hợp chất I-4 có công thức I, có cấu trúc sau:



I-4

Hợp chất I-4 được điều chế bằng quy trình tổng hợp sau:



Công thức II-4

Công thức III-4

Công thức I-4

(1) Amin bậc hai N,N-đihydrocacbonyl có công thức II-4 (24,2g, 0,10 mol) được hòa tan trong toluen (20mL) để thu được dung dịch 1; hợp chất anhydrit đodexenyl glutaric có công thức III-4 (28,2 g, 0,10 mol) được hòa tan trong toluen (30mL) để thu được dung dịch 2;

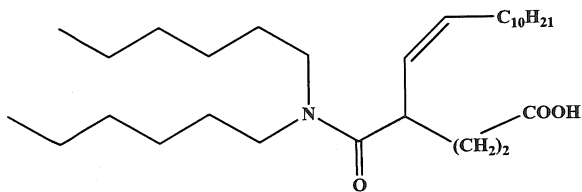
(2) Dung dịch 1 được thêm vào dung dịch 2, và dung dịch đã trộn được khuấy trong khi làm nóng đến nhiệt độ 80°C và sau đó được giữ tại nhiệt độ 80°C trong hai giờ. Sau khi kết thúc phản ứng, loại bỏ toluen bằng cách cô đặc trong chân không để thu được hợp chất I-4.

Đặc trưng phổ NMR của Hợp chất I-4: ^1H NMR(500 MHz, CDCl_3), δ 10,58 (1H), 5,21(1H), 4,91(1H), 3,18(4H), 3,02(1H), 2,33(2H), 1,94(2H), 1,84(2H), 1,52(4H), 1,33(2H), 1,30(2H), 1,30(2H), 1,29(2H), 1,29(4H), 1,27(4H), 1,26(8H), 1,26(4H), 1,26(4H), 0,88(9H).

^{13}C NMR(500 MHz, CDCl_3), δ 178,4, 170,8, 128,9, 128,3, 50,0(2C), 37,4, 33,0, 31,9(2C), 31,9, 29,9, 29,7, 29,7, 29,6, 29,6, 29,3, 29,3(2C), 29,3(2C), 29,3(2C), 27,0(2C), 22,7(2C), 27,7, 27,3, 22,7, 14,1(2C), 14,1.

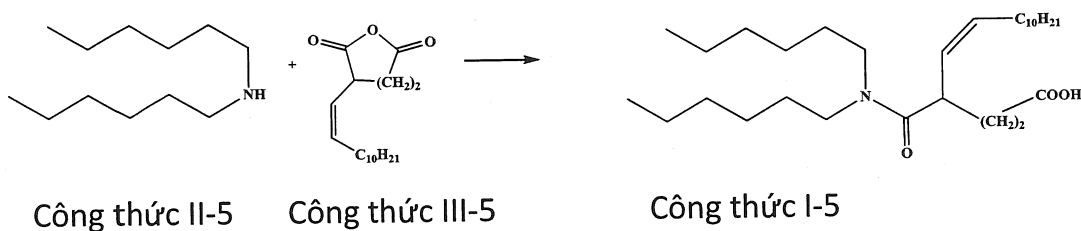
Ví dụ 5

Ví dụ này đề cập đến hợp chất I-5 có công thức I, chất này có cấu trúc sau:



I-5

Hợp chất I-5 được điều chế bằng quy trình tổng hợp sau:



(1) Amin bậc hai N,N-đihydrocacbonyl có công thức II-5 (18,6 g, 0,10 mol) được hòa tan trong toluen (20 mL) để thu được dung dịch 1; hợp chất anhydrit đodexenyl glutaric có công thức III-5 (28,0 g, 0,10 mol) được hòa tan trong toluen (30 mL) để thu được dung dịch 2;

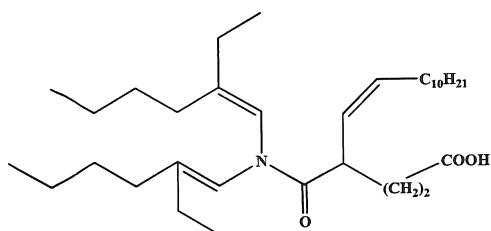
(2) Dung dịch 1 được bổ sung vào dung dịch 2, và vì vậy hỗn hợp thu được được khuấy trong khi làm nóng đến nhiệt độ 80°C và sau đó được giữ ở nhiệt độ 80°C trong hai giờ. Sau khi kết thúc phản ứng, loại bỏ toluen bằng cách cô đặc trong chân không để thu được hợp chất I-5.

Đặc trưng phổ NMR của Hợp chất I-5: ^1H NMR (500 MHz, CDCl_3), δ 10,58 (1H), 5,21(1H), 4,91(1H), 3,18(4H), 3,02(1H), 2,33(2H), 1,94(2H), 1,84(2H), 1,52(4H), 1,33(2H), 1,30(2H), 1,30(2H), 1,29(2H), 1,29(4H), 1,28(4H), 1,28(4H), 1,26(8H), 0,88(3H), 0,88(6H).

^{13}C NMR(500 MHz, CDCl_3), δ 178,4, 170,8, 128,9, 128,3, 50,0(2C), 37,4, 33,0, 31,9, 31,5(2C), 29,9, 29,7, 29,7, 29,6, 29,6, 29,3, 29,3(2C), 27,7, 27,3, 26,7(2C), 22,7(2C), 22,7, 14,1(2C), 14,1.

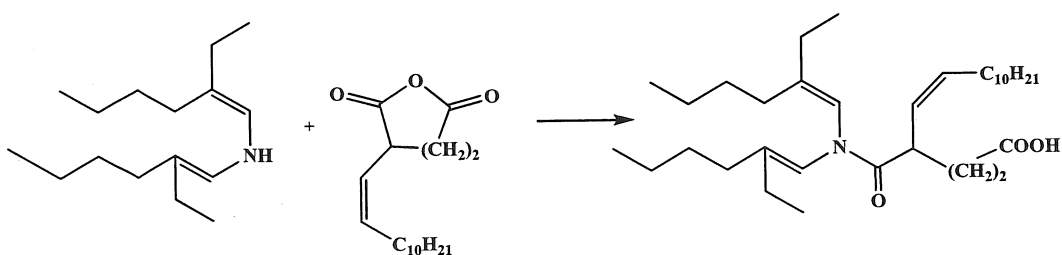
Ví dụ 6

Ví dụ này đề cập đến hợp chất I-6 có công thức I, có cấu trúc sau:



I-6

Công thức I-6 được điều chế bằng quy trình tổng hợp sau:



Công thức II-6

Công thức III-6

Công thức I-6

(1) Amin bậc hai N,N-đihydrocarbonyl có công thức II-6 ((23,8 g, 0,10 mol) được hòa tan trong toluen (20 mL) để thu được dung dịch 1; hợp chất anhydrit đodexenyl glutaric có công thức III-6 (26,7 g, 0,10 mol) được hòa tan trong toluen (30 mL) để thu được dung dịch 2;

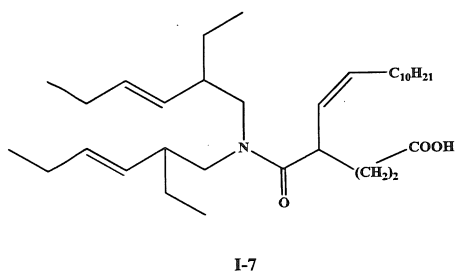
(2) Dung dịch 1 được thêm vào dung dịch 2, và vì vậy thu được hỗn hợp được khuấy trong khi làm nóng đến nhiệt độ 80°C và sau đó giữ ở nhiệt độ 80°C trong hai giờ. Sau khi kết thúc phản ứng, loại bỏ toluen bằng cách cô đặc trong chân không để thu được hợp chất I-6.

Đặc trưng phổ NMR của hợp chất I-6: ^1H NMR(500 MHz, CDCl_3), δ 10,58 (1H), 6,83(2H), 5,21(1H), 4,91(1H), 3,02(1H), 2,33(2H), 2,18(4H), 2,0(4H), 1,94(2H), 1,84(2H), 1,33(2H), 1,38(4H), 1,30(2H), 1,30(2H), 1,29(2H), 1,29(4H), 1,26(8H), 0,93(6H), 0,88(3H), 0,85(6H).

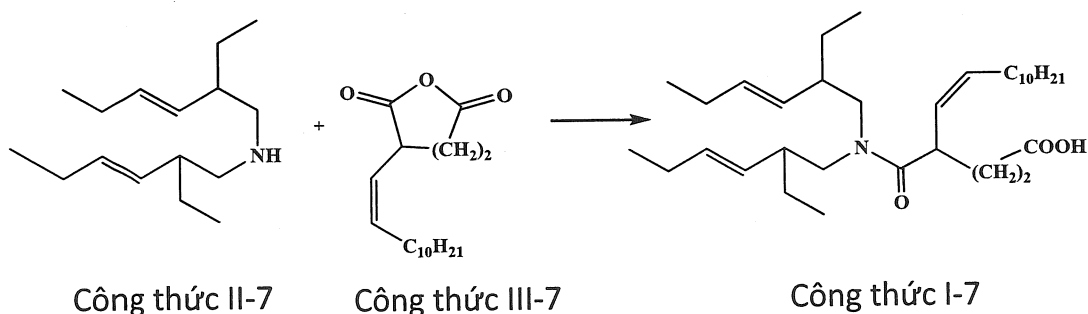
^{13}C NMR(500 MHz, CDCl_3), δ 178,4, 165,7, 128,9, 128,3, 124,6(2C), 116,6(2C), 37,6, 33,0, 31,9, 29,9, 29,7, 29,7, 29,6, 29,6, 29,6(2C), 29,3, 28,0(2C), 27,9, 27,7(2C), 27,3, 23,1(2C), 22,7, 14,2(2C), 14,1, 11,8(2C).

Ví dụ 7

Ví dụ này đề cập đến hợp chất I-7 có công thức I, có cấu trúc sau:



Hợp chất I-7 được điều chế bằng quy trình tổng hợp sau:



(1) Amin bậc hai N,N-đihydrocacbonyl có công thức II-7 (23,7 g, 0,10 mol) được hòa tan trong toluen (20 mL) để thu được dung dịch 1; hợp chất anhydrit có công thức III-7 (28,2g, 0,10g) được hòa tan trong toluen (30 mL) để thu được dung dịch 2;

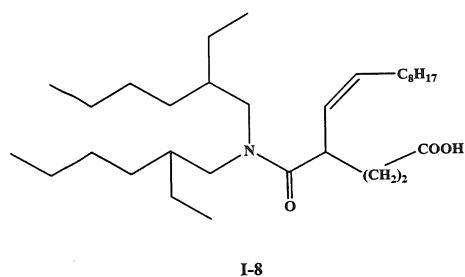
(2) Dung dịch 1 được thêm vào dung dịch 2, và vì vậy hỗn hợp thu được được khuấy trong khi làm nóng đến nhiệt độ 80°C và sau đó được giữ ở nhiệt độ 80°C trong hai giờ. Sau khi kết thúc phản ứng, loại bỏ toluen bằng cách cô đặc trong chân không để thu được hợp chất I-7.

Đặc trưng phổ NMR của hợp chất I-7: ^1H NMR(500 MHz, CDCl_3), δ 10,58 (1H), 5,48(2H), 5,43(2H), 5,21(1H), 4,91(1H), 3,31(4H), 3,02(1H), 2,70(2H), 2,33(2H), 2,0(4H), 1,94(2H), 1,84(2H), 1,44(4H), 1,33(2H), 1,30(2H), 1,30(2H), 1,29(2H), 1,26(8H), 0,94(6H), 0,88(3H), 0,79(6H).

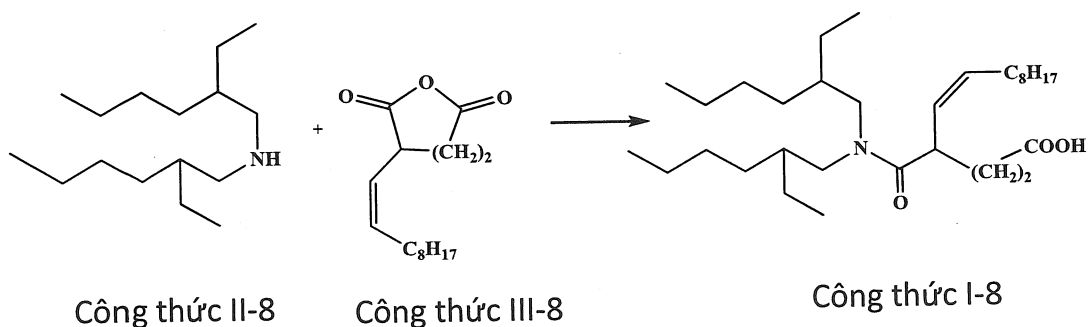
^{13}C NMR(500 MHz, CDCl_3), δ 178,4, 170,8, 135,6(2C), 129,3(2C), 128,9, 128,3, 55,5(2C), 39,9(2C), 37,4, 33,0, 31,9, 29,9, 29,7, 29,7, 29,6, 29,6, 29,3, 27,7, 27,3, 26,8(2C), 26,7(2C), 22,7, 14,3(2C), 14,1, 11,7(2C).

Ví dụ 8

Ví dụ này đề cập đến hợp chất I-8 có công thức I, có cấu trúc sau:



Hợp chất I-8 được điều chế bằng quy trình tổng hợp sau:



(1) Amin bậc hai N,N-đihydrocacbonyl có công thức II-8 (24,2 g, 0,10 mol) được hòa tan trong toluen (20 mL) để thu được dung dịch 1; hợp chất anhydrit đexenyl glutaric có công thức III-8 (25,4 g, 0,10 mol) được hòa tan trong toluen (30 mL) để thu được dung dịch 2;

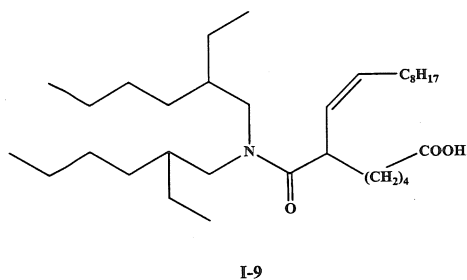
(2) Dung dịch 1 được thêm vào dung dịch 2, và vì vậy hỗn hợp thu được được khuấy trong khi làm nóng đến nhiệt độ 80°C và sau đó được giữ ở nhiệt độ 80°C trong hai giờ. Sau khi kết thúc phản ứng, loại bỏ toluen bằng cách cô đặc trong chân không để thu được hợp chất I-8.

Đặc trưng phổ NMR của Hợp chất I-8: ^1H NMR (500 MHz, CDCl_3), δ 10,58 (1H), 5,21(1H), 4,91(1H), 3,25(4H), 3,02(1H), 2,33(2H), 1,94(2H), 1,92(2H), 1,84(2H), 1,55(4H), 1,33(2H), 1,31(4H), 1,30(2H), 1,29(2H), 1,26(6H), 1,25(4H), 1,19(4H), 0,99(4H), 0,88(6H), 0,88(3H).

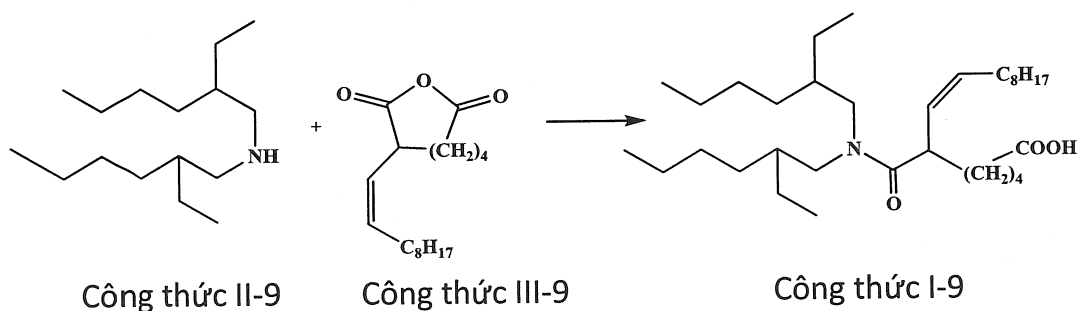
^{13}C NMR (500 MHz, CDCl_3), δ 178,4, 170,8, 128,9, 128,3, 52,4(2C), 37,5(2C), 37,4, 33,0, 32,0(2C), 31,9, 29,9, 29,8(2C), 29,7, 29,7, 29,3(2C), 29,3, 27,7, 27,3, 23,0(2C), 22,7, 14,1(2C), 14,1, 11,6(2C).

Ví dụ 9

Ví dụ này đề cập đến hợp chất I-9 có công thức I, có cấu trúc sau:



Hợp chất I-9 được điều chế bằng quy trình tổng hợp sau:



(1) Amin bậc hai N,N-đihydrocacbonyl có công thức II-9 (24,2 g, 0,10 mol) được hòa tan trong toluen (20 mL) để thu được dung dịch 1; hợp chất anhydrit dextryl pimelic có công thức III-9 (28,2 g, 0,10 mol) được hòa tan trong toluen (30 mL) để thu được dung dịch 2;

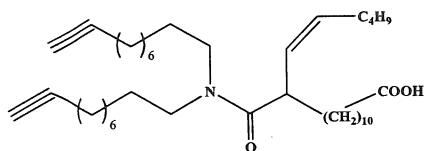
(2) Dung dịch 1 được thêm vào dung dịch 2, và vì vậy hỗn hợp thu được được khuấy trong khi làm nóng đến nhiệt độ 80°C và sau đó được giữ ở nhiệt độ 80°C trong hai giờ. Sau khi kết thúc phản ứng, loại bỏ toluen bằng cách cô đặc trong chân không để thu được hợp chất I-9.

Đặc trưng phổ NMR của hợp chất I-9: ^1H NMR (500 MHz, CDCl_3), δ 10,43 (1H), 5,21(1H), 4,91(1H), 3,25(4H), 3,02(1H), 2,21(2H), 1,94(2H), 1,92(2H), 1,55(2H), 1,55(4H), 1,54(2H), 1,33(2H), 1,31(4H), 1,30(2H), 1,30(2H), 1,29(2H), 1,26(8H), 1,25(1H), 1,25(4H), 1,19(4H), 0,99(6H), 0,88(6H), 0,88(3H).

^{13}C NMR (500 MHz, CDCl_3), δ 178,4, 170,8, 130,9, 128,8, 52,4(2C), 38,0, 37,5(2C), 34,5, 34,0, 32,0(2C), 31,9, 29,9, 29,8(2C), 29,7, 29,7, 29,6, 29,6, 29,3, 29,3(2C), 27,3, 25,9, 24,4, 23,0(2C), 22,7, 14,1(2C), 14,1, 11,6(2C).

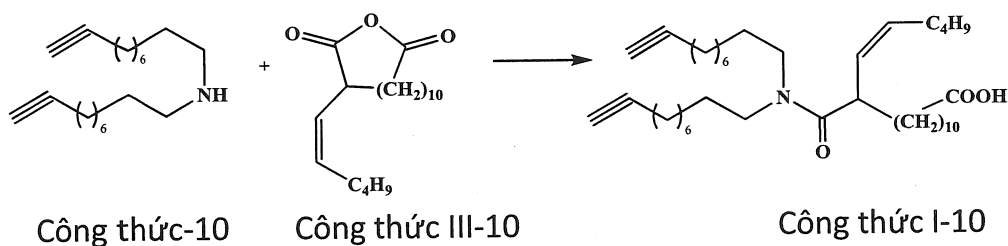
Ví dụ 10

Ví dụ này đề cập đến hợp chất I-10 có công thức I, có cấu trúc sau:



I-10

Hợp chất I-10 được điều chế bằng quy trình tổng hợp sau:



(1) Amin bậc hai N,N-đihydrocacbonyl có công thức II-10 (29,4g, 0,10 mol) được hòa tan trong toluen (20 mL) để thu được dung dịch 1; Hợp chất anhydrit đexenyl pimelic có công thức III-10 ((30,8 g, 0,10 mol) được hòa tan trong toluen (30 mL) để thu được dung dịch 2;

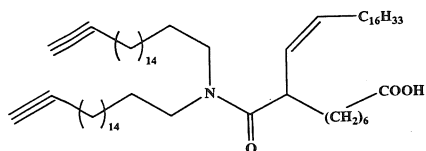
(2) Dung dịch 1 được thêm vào dung dịch 2, và dung dịch đã trộn được khuấy trong khi làm nóng đến nhiệt độ 80°C và sau đó được giữ ở nhiệt độ 80°C trong hai giờ. Sau khi kết thúc phản ứng, loại bỏ toluen bằng cách cô đặc trong chân không để thu được hợp chất I-10.

Đặc trưng phổ NMR của Hợp chất I-10: ^1H NMR (500 MHz, CDCl_3), δ 10,18 (1H), 5,21(1H), 4,91(1H), 3,18(4H), 3,02(1H), 2,87(2H), 2,46(4H), 2,21(2H), 1,94(2H), 1,55(2H), 1,54(2H), 1,52(4H), 1,44(4H), 1,38(2H), 1,33(2H), 1,30(2H), 1,29(4H), 1,29(4H), 1,29(4H), 1,27(4H), 1,26(2H), 1,26(2H), 1,26(2H), 1,26(4H), 1,25(2H), 1,25(2H), 1,29(2H), 0,93(3H).

^{13}C NMR (500 MHz, CDCl_3), δ 178,4, 170,8, 128,9, 130,9, 83,7(2C), 68,6(2C), 50,0(2C), 38,0, 34,8, 34,0, 32,1, 29,9, 29,6, 29,6, 29,6, 29,3, 29,3, 29,3(2C), 29,3(2C), 29,0, 28,7(2C), 28,7(2C), 28,4(2C), 27,0, 27,0(2C), 24,7, 22,8, 18,4(2C), 14,2.

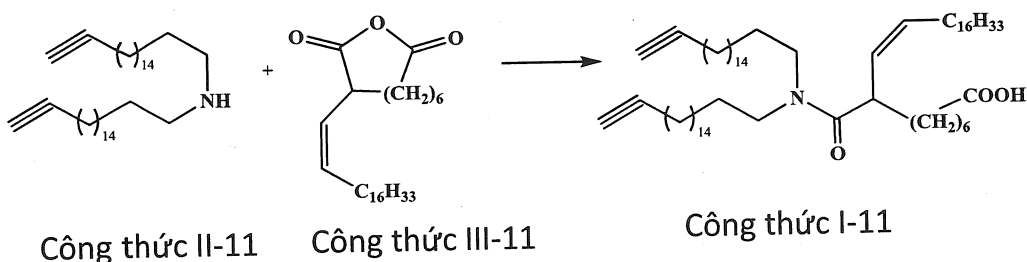
Ví dụ 11

Ví dụ này đề cập đến hợp chất I-11 có công thức I, hợp chất này có cấu trúc sau:



I-11

Hợp chất I-11 được điều chế theo quy trình tổng hợp như sau:



(1) Amin bậc hai N,N-đihydrocacbonyl có công thức II-11 (51,3 g, 0,10 mol) được hòa tan trong toluen (20 mL) để thu được dung dịch 1; hợp chất anhydrit đexenyl pimelic có công thức III-11 (42,0 g, 0,10 mol) được hòa tan trong toluen (30 mL) để thu được dung dịch 2;

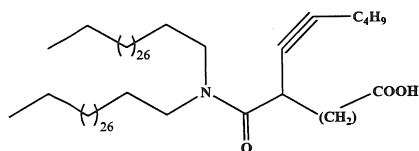
(2) dung dịch 1 được thêm vào dung dịch 2, và dung dịch đã trộn được khuấy trong khi làm nóng đến nhiệt độ 80°C và sau đó được giữ ở nhiệt độ 80°C trong hai giờ. Sau khi kết thúc phản ứng, loại bỏ toluen bằng cách cô đặc trong chân không để thu được Hợp chất I-11.

Đặc trưng phổ NMR của hợp chất I-11: ^1H NMR (500 MHz, CDCl_3), δ 10,58 (1H), 5,21(1H), 4,91(1H), 3,18(4H), 3,02(1H), 2,87(2H), 2,46(4H), 2,21(2H), 1,94(2H), 1,55(2H), 1,54(2H), 1,52(4H), 1,44(4H), 1,33(2H), 1,33(2H), 1,30(2H), 1,30(2H), 1,29(2H), 1,29(4H), 1,29(4H), 1,26(20H), 1,26(40H), 1,25(2H), 1,25(2H), 0,88(3H).

^{13}C NMR (500 MHz, CDCl_3), δ 178,4, 170,8, 130,9, 128,8, 83,7(2C), 68,6(2C), 50,0(2C), 38,0, 34,8, 34,0, 31,9, 29,9, 29,9, 29,7, 29,7, 29,6(8C), 29,6(16C), 29,3, 29,3(4C), 29,0, 29,0, 28,7(6C), 27,3, 27,0(2C), 24,7, 22,7, 18,4(2C), 14,1.

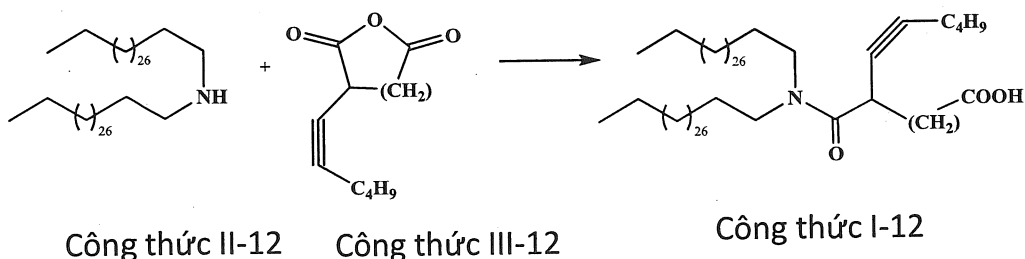
Ví dụ 12

Ví dụ này đề cập đến hợp chất I-12 có công thức I, có cấu trúc sau:



I-12

Hợp chất I-12 được điều chế bằng quy trình tổng hợp sau:



Công thức II-12

Công thức III-12

Công thức I-12

(1) Amin bậc hai N,N-dihiđrocacbonyl có công thức II-12 (84,9 g, 0,10 mol) được hòa tan trong toluen (20 mL) để thu được dung dịch 1; hợp chất anhydrit đexenyl pimelic có công thức III-12 (18,0 g, 0,10 mol) được hòa tan trong toluen (30mL) để thu được dung dịch 2;

(2) Dung dịch 1 được thêm vào dung dịch 2, và dung dịch đã trộn được khuấy trong khi làm nóng đến nhiệt độ 80°C và sau đó được giữ ở nhiệt độ 80°C trong hai giờ. Sau khi kết thúc phản ứng, loại bỏ toluen bằng cách cô đặc trong chân không để thu được hợp chất I-12.

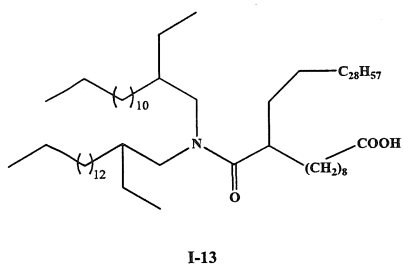
Đặc trưng phổ NMR của hợp chất I-12: ^1H NMR (500 MHz, CDCl_3), δ 10,88 (1H), 3,80(1H).

3,18(4H), 2,77(2H), 1,96(2H), 1,52(4H), 1,44(2H), 1,30(2H), 1,29(104H), 1,28(4H), 0,89(3H), 0,88(6H).

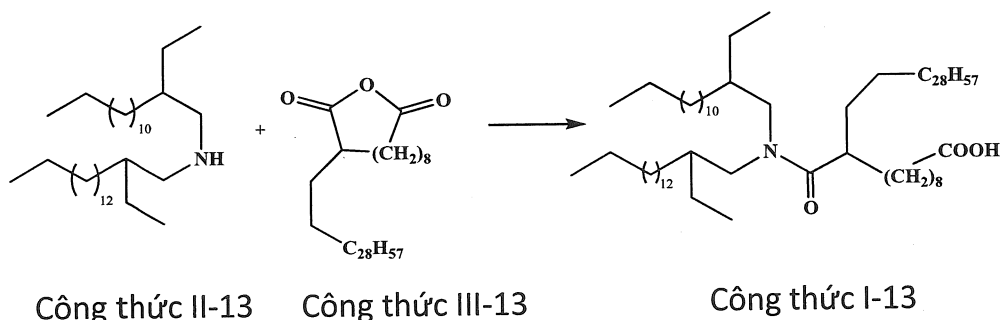
^{13}C NMR (500 MHz, CDCl_3), δ 177,3, 173,6, 84,5, 78,6, 49,0(2C), 35,2, 31,2, 29,0(2C), 27,0, 22,4(2C), 22,1(52C), 21,5, 18,4, 14,1(2C), 13,2.

Ví dụ 13

Ví dụ này đề cập đến hợp chất I-13 có công thức I, hợp chất này có cấu trúc sau:



Hợp chất I-13 được điều chế bằng quy trình tổng hợp sau:



(1) Amin bậc hai N,N-đihydrocacbonyl có công thức II-13 (42,9 g, 0,10 mol) được hòa tan trong toluen (20 mL) để thu được dung dịch 1; hợp chất anhydrit đexenyl pimelic có công thức III-13 (61,8 g, 0,10 mol) được hòa tan trong toluen (30 mL) để thu được dung dịch 2;

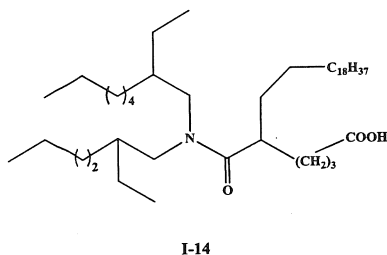
(2) Dung dịch 1 được thêm vào dung dịch 2, và vì vậy hỗn hợp thu được được khuấy trong khi làm nóng đến nhiệt độ 80°C và sau đó được giữ ở nhiệt độ 80°C trong hai giờ. Sau khi kết thúc phản ứng, loại bỏ toluen bằng cách cô đặc trong chân không để thu được hợp chất I-13.

Đặc trưng phổ NMR của hợp chất I-13: ^1H NMR (500 MHz, CDCl_3), δ 10,58 (1H), 3,25(4H), 2,27(1H), 2,21(2H), 1,92(2H), 1,55(4H), 1,54(2H), 1,49(4H), 1,33(2H), 1,26(96H), 1,25(12H), 1,19(4H), 0,99(6H), 0,88(9H).

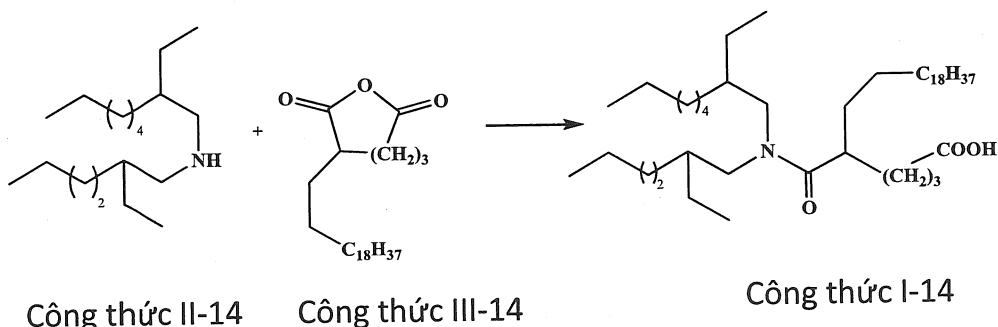
^{13}C NMR (500 MHz, CDCl_3), δ 178,4, 173,8, 52,3(2C), 42,4, 37,5(2C), 34,0, 33,1, 33,0, 32,3(2C), 31,9, 31,9(2C), 29,9(2C), 29,8(2C), 29,7, 29,6(36C), 29,4, 29,3(2C), 29,2(2C), 29,0, 27,1(2C), 26,4(2C), 24,7, 22,8, 22,7(2C), 14,1(2C), 14,0, 11,6(2C).

Ví dụ 14

Ví dụ này đề cập đến hợp chất I-14 có công thức I, có cấu trúc sau:



Hợp chất I-14 được điều chế bằng quy trình tổng hợp sau:



(1) Amin bậc hai N,N-đihydrocacbonyl có công thức II-14 (27,0 g, 0,10 mol) được hòa tan trong toluen (20 mL) để thu được dung dịch 1; hợp chất anhydrit đexenyl pimelic có công thức III-14 (41,0 g, 0,10 mol) được hòa tan trong toluen (30 mL) để thu được dung dịch 2;

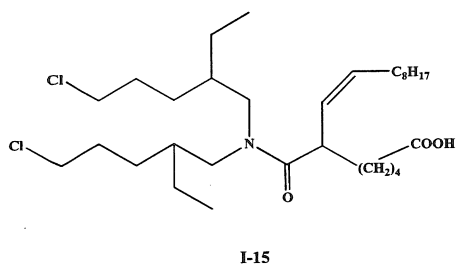
(2) Dung dịch 1 được thêm vào dung dịch 2, và dung dịch đã trộn được khuấy trong khi làm nóng đến nhiệt độ 80°C và sau đó được giữ ở nhiệt độ 80°C trong hai giờ. Sau khi kết thúc phản ứng, loại bỏ toluen bằng cách cô đặc trong chân không để thu được hợp chất I-14.

Đặc trưng phổ NMR của Hợp chất I-13: ^1H NMR (500 MHz, CDCl_3), δ 10,58 (1H), 3,25(4H), 2,33(2H), 2,27(1H), 1,92(2H), 1,55(4H), 1,54(2H), 1,49(4H), 1,26(22H), 1,25(10H), 1,19(4H), 0,99(6H), 0,88(9H).

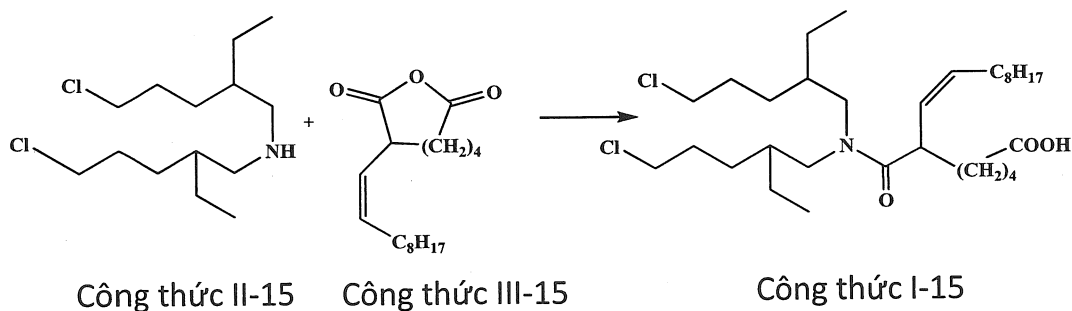
^{13}C NMR (500 MHz, CDCl_3), δ 178,4, 173,8, 52,3(2C), 42,1, 37,5(2C), 33,6, 33,1, 32,3(2C), 31,9, 31,8, 29,9, 29,8(2C), 29,6(13C), 29,5(2C), 29,3, 29,2, 27,1, 26,4, 24,4, 22,8, 22,7(2C), 14,2, 14,1(2C), 11,6(2C).

Ví dụ 15

Ví dụ này đề cập đến hợp chất I-15 có công thức I, có cấu trúc sau:



Hợp chất I-15 được điều chế bằng quy trình tổng hợp sau:



(1) Amin bậc hai N,N-đihydrocacbonyl có công thức II-15 (28,3 g, 0,10 mol) được hòa tan trong toluen (20 mL) để thu được dung dịch 1; hợp chất anhydrit đexenyl pimelic có công thức III-15 (28,1 g, 0,10 mol) được hòa tan trong toluen (30 mL) để thu được dung dịch 2;

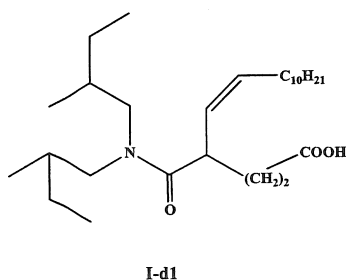
(2) Dung dịch 1 được thêm vào dung dịch 2, và dung dịch đã trộn được khuấy trong khi làm nóng đến nhiệt độ 80°C và sau đó được giữ ở nhiệt độ 80°C trong hai giờ. Sau khi kết thúc phản ứng, loại bỏ toluen bằng cách cô đặc trong chân không để thu được hợp chất I-15.

Đặc trưng phổ NMR của hợp chất I-15: ^1H NMR (500 MHz, CDCl_3), δ 10,58 (1H), 5,21(1H), 4,91(1H), 3,74(4H), 3,25(4H), 3,02(1H), 2,21(2H), 1,94(2H), 1,92(2H), 1,55(10H), 1,54(2H), 1,33(2H), 1,30(2H), 1,29(2H), 1,26(6H), 1,25(2H), 1,19(4H), 0,99(4H), 0,88(3H).

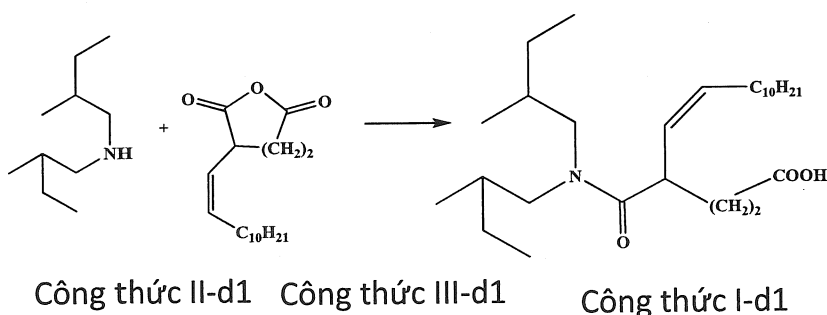
^{13}C NMR (500 MHz, CDCl_3), δ 178,4, 170,8, 130,9, 128,8, 52,4(2C), 45,0(2C), 38,0, 36,7(2C), 34,5, 34,0, 31,9, 30,5(2C), 29,9, 29,8(2C), 29,7, 29,6, 29,4(2C), 29,3, 27,3, 25,9, 24,4, 22,7, 14,1, 11,6(2C).

Ví dụ so sánh 1

Ví dụ so sánh 1 đề cập đến hợp chất I-d1 có công thức I-d1, hợp chất này có cấu trúc sau:



Hợp chất I-d1 được điều chế bằng quy trình tổng hợp sau:



(1) Amin bậc hai N,N-đihydrocacbonyl có công thức I-d1 (15,7 g, 0,10 mol) được hòa tan trong toluen (20 mL) để thu được dung dịch 1; hợp chất anhydrit có công thức III-d1 (28,2 g, 0,10 mol) được hòa tan trong toluen (30 mL) để thu được dung dịch 2;

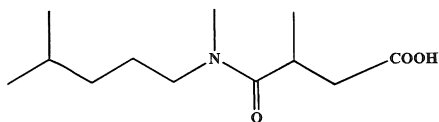
(2) Dung dịch 1 được thêm vào dung dịch 2, và vì vậy hỗn hợp thu được được khuấy trong khi làm nóng đến nhiệt độ 80°C và sau đó được giữ ở nhiệt độ 80°C trong hai giờ. Sau khi kết thúc phản ứng, loại bỏ toluen bằng cách cô đặc trong chân không để thu được hợp chất I-d1.

Đặc trưng phổ NMR của hợp chất I-d1: ^1H NMR (500 MHz, CDCl_3), δ 10,58 (1H), 5,21(1H), 4,91(1H), 3,02(1H), 3,00(4H), 2,33(2H), 2,12(2H), 1,94(2H), 1,84(2H), 1,55(4H), 1,33(2H), 1,31(2H), 1,30(2H), 1,29(2H), 1,26(8H), 0,99(6H), 0,93(6H), 0,88(3H).

^{13}C NMR (500 MHz, CDCl_3), δ 178,4, 170,8, 128,9, 128,3, 54,6(2C), 37,4, 33,0(2C), 32,9, 31,9, 29,9, 29,7, 29,7, 29,6, 29,6, 29,3, 28,2(2C), 27,7, 27,3, 22,7, 18,1(2C), 14,1, 11,3(2C).

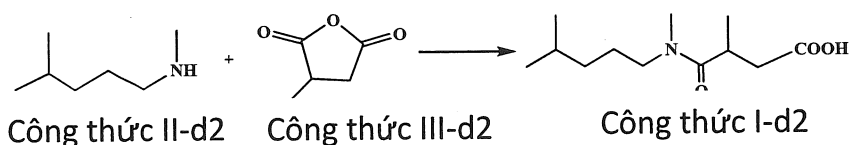
Ví dụ so sánh 2

Ví dụ so sánh 2 đề cập đến hợp chất I-d2 có công thức I-d2, có cấu trúc sau:



I-d2

Hợp chất I-d2 được điều chế bằng quy trình tổng hợp sau:



Công thức II-d2

Công thức III-d2

Công thức I-d2

(1) Amin bậc hai N,N-đihydrocacbonyl có công thức I-d2 (11,5 g, 0,10 mol) được hòa tan trong toluen (20 mL) để thu được dung dịch 1; hợp chất anhydrit có công thức III-d2 (11,4 g, 0,10 mol) được hòa tan trong toluen (30 mL) để thu được dung dịch 2;

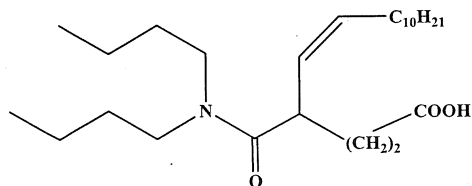
(2) Dung dịch 1 được thêm vào dung dịch 2, và vì vậy hỗn hợp thu được được khuấy trong khi làm nóng đến nhiệt độ 80°C và sau đó được giữ ở nhiệt độ 80°C trong hai giờ. Sau khi kết thúc phản ứng, loại bỏ toluen bằng cách cô đặc trong chân không để thu được hợp chất I-d2.

Đặc trưng phổ NMR của hợp chất I-d2: ^1H NMR (500 MHz, CDCl_3), δ 10,38 (1H), 3,18(2H), 2,94(3H), 2,86(1H), 2,56(2H), 1,52(2H), 1,62(1H), 1,19(2H), 1,17(3H), 0,91(6H).

^{13}C NMR (500 MHz, CDCl_3), δ 177,3, 175,5, 52,4, 40,9, 37,0, 36,7, 36,3, 27,8, 24,7, 23,2(2C), 17,2.

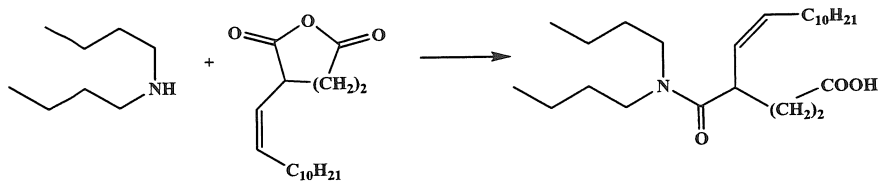
Ví dụ so sánh 3

Ví dụ so sánh 3 đề cập đến hợp chất I-d3 có công thức I-d3, hợp chất này có cấu trúc sau:



I-d3

Hợp chất I-d3 được điều chế bằng quy trình tổng hợp sau:



Công thức II-d3

Công thức III-d3

Công thức I-d3

(1) Amin bậc hai N,N-đibutyl có công thức I-d3 (12,9 g, 0,10 mol) được hòa tan trong toluen (20 mL) để thu được dung dịch 1; hợp chất anhydrit có công thức III-d3 (28,1 g, 0,10 mol) được hòa tan trong toluen (30 mL) để thu được dung dịch 2;

(2) Dung dịch 1 được thêm vào dung dịch 2, và dung dịch đã trộn được khuấy trong khi làm nóng đến nhiệt độ 80°C và sau đó giữ ở nhiệt độ 80°C trong hai giờ. Sau khi kết thúc phản ứng, loại bỏ toluen bằng cách cô đặc trong chân không để thu được hợp chất I-d3.

Đặc trưng phổ NMR của hợp chất I-d3: ^1H NMR (500 MHz, CDCl_3), δ 10,58 (1H), 5,21(1H), 4,91(1H), 3,02(1H), 3,18(4H), 2,33(2H), 1,94(2H), 1,84(2H), 1,52(4H), 1,33(2H), 1,31(4H), 1,30(4H), 1,29(2H), 1,26(8H), 0,99(6H), 0,88(3H).

^{13}C NMR (500 MHz, CDCl_3), δ 178,4, 170,8, 128,9, 128,3, 49,7(2C), 37,4, 33,0, 30,0(2C), 31,9, 29,9, 29,7, 29,7, 29,6, 29,6, 29,3, 27,7, 27,3, 20,1(2C), 22,7, 14,1, 13,8(2C).

Ví dụ thử nghiệm 1

Thử nghiệm làm giàu các nguyên tố đất hiếm

(1) Các hợp chất được điều chế trong các ví dụ từ 1 đến 15 trên đây và các ví dụ so sánh từ 1 đến 3 lần lượt được sử dụng với trọng lượng (6,6, 5,9, 6,6, 6,6, 6,1, 6,6, 6,6, 6,24, 6,97, 7,8, 11,66, 12,8, 13,01, 8,55, 7,3 và 5,53, 3,0, 5,3) g.

(2) Các chất chiết trên đây được lần lượt trộn với 0,96 mL 10,8 mol/L dung dịch nước natri hydroxit, và được xà phòng hóa ở nhiệt độ 25°C trong 5 phút để thu được chất lỏng nhớt của các chất chiết đã xà phòng hóa với mức độ xà phòng hóa 80%.

(3) Ở nhiệt độ phòng, chất lỏng nhớt của chất chiết đã xà phòng hóa được trộn với 2000 mL dung dịch chiết đất hiếm ion trong thời gian làm giàu là 0,5 giờ. Dung dịch chiết đất hiếm loại ion chứa 15 nguyên tố đất hiếm bao gồm lantan, xeri, praseodym,

neodym, samari, europi, gadolini, tebi, dysprosi, holmi, erbi, tuli, yterbi, luteti và ytri, với tổng nồng độ mol là 0,00636mol/L, pH=6,0. Đo nồng độ của các ion đất hiếm trong pha nước trước và sau khi làm giàu, và tính tổng tỷ lệ làm giàu của các ion đất hiếm E%.

Các kết quả thử nghiệm cụ thể (tổng tỷ lệ làm giàu của các ion đất hiếm) được thể hiện trong Bảng 1:

Bảng 1

Danh mục	Ví dụ 1	Ví dụ 2	Ví dụ 3	Ví dụ 4	Ví dụ 5	Ví dụ 6
Tổng tỷ lệ làm giàu E%	97,5	98,4	98,5	97,5	98,9	98,6
Danh mục	Ví dụ 7	Ví dụ 8	Ví dụ 9	Ví dụ 10	Ví dụ 11	Ví dụ 12
Tổng tỷ lệ làm giàu E%	98,7	98,9	98,9	96,8	95,6	99,5
Danh mục	Ví dụ 13	Ví dụ 14	Ví dụ 15	Ví dụ so sánh 1	Ví dụ so sánh 2	Ví dụ so sánh 3
Tổng tỷ lệ làm giàu E%	98,5	96,7	97,7	94,5	92,7	93,6

Từ bảng trên có thể thấy rằng, tỷ lệ làm giàu của Axit N,N-đihydrocacbonyl amit carboxylic được điều chế theo các ví dụ từ 1 đến 15 là trên 95%, trong khi tổng tỷ lệ làm giàu của axit N,N-đihydrocacbonyl amit carboxylic trong các ví dụ so sánh từ 1 đến 3 là dưới 95%. Do vậy, axit N,N-đihydrocacbonyl amit carboxylic theo sáng chế có thể được dùng làm chất chiết để làm giàu các nguyên tố đất hiếm từ nguyên liệu thô chứa các nguyên tố đất hiếm nồng độ thấp với hiệu quả làm giàu tốt hơn.

Ví dụ thử nghiệm 2

Thử nghiệm tách ion ytri

(1) Các hợp chất được điều chế trong các Ví dụ từ 1 đến 15 trên đây và Ví dụ so sánh 1 lần lượt được điều chế thành các dung dịch chiết; cụ thể, các chất chiết được điều chế trong các Ví dụ 1 đến 15 và Ví dụ so sánh 1 được lấy lần lượt theo trọng lượng 6,6g, 5,9g, 6,6g, 6,6g, 6,1g, 6,6g, 6,6g, 6,24g, 6,97g, 7,8g, 11,66g, 12,8g, 13,01g, 8,55g, 7,3g và 5,53g, 3,0g, 5,3g; toluen được lấy lần lượt theo trọng lượng 18,4g, 19,1g, 18,4g, 18,4g, 18,9g, 18,4g, 18,4g, 18,4g, 18,76g, 18,03g, 17,2g, 13,34g, 12,2g, 12,99g, 16,45g, 17,7g và 19,47g, 22,0g, 19,7g; hai hợp chất trên đây được trộn để thu được dung dịch chiết với nồng độ 0,52 mol/L.

(2) Vì vậy các dung dịch chiết đã thu được được trộn tương ứng với 0,96 mL 10,8 mol/L dung dịch nước natri hydroxit và được xà phòng hóa ở nhiệt độ 25°C trong 5 phút để thu được các dung dịch chiết đã xà phòng hóa với mức độ xà phòng hóa là 80%.

(3) Ở nhiệt độ phòng, 25 mL dung dịch chiết đã xà phòng hóa và 25 mL dung dịch đất hiếm đã trộn được trộn và chiết trong 0,5 giờ. Dung dịch đất hiếm đã trộn chứa 15 nguyên tố đất hiếm bao gồm lantan, xeri, praseodym, neodim, samari, europi, gadolini, tebi, dysprosi, holmi, erbi, tuli, yterbi, luteti và ytri với nồng độ là 0,020 mol/L cho mỗi nguyên tố. Đo nồng độ của các ion đất hiếm trong pha nước trước và sau khi tách và tính hệ số tách tương đối $\beta_{Ln/Y}$ của mỗi ion đất hiếm (Ln) tương đối với ion ytri (Y).

Các kết quả thử nghiệm cụ thể (hệ số tách tương đối $\beta_{Ln/Y}$ của các ion đất hiếm (Ln) tương đối với các ion ytri (Y)) được thể hiện ở Bảng 2.

Bảng 2

$\beta_{Ln/Y}$	La/ Y	Ce/ Y	Pr/ Y	Nd/ Y	Sm /Y	Eu/ Y	Gd/ Y	Tb/ Y	Dy/ Y	Ho/ Y	Er/ Y	Tm /Y	Yb/ Y	Lu/ Y
Ví dụ 1	1,1 0	1,2 9	1,7 2	2,0 6	3,0 1	2,9 6	2,1 8	2,2 6	2,3 0	2,3 9	2,4 8	2,5 9	2,8 8	3,1 5
Ví dụ 2	1,1 2	1,2 7	1,7 2	2,0 6	3,0 1	2,9 6	2,1 8	2,2 7	2,2 9	2,3 2	2,4 7	2,5 7	2,8 5	3,1 0
Ví dụ 3	1,1 1	1,3 0	1,7 2	2,0 6	3,0 1	2,9 6	2,1 8	2,2 6	2,2 9	2,3 7	2,4 6	2,5 7	2,8 5	3,1 4

Ví dụ 4	1,0 9	1,2 9	1,7 2	2,0 6	3,0 1	2,9 6	2,1 8	2,2 6	2,3	2,3 9	2,4 8	2,5 9	2,8 8	3,1 4
Ví dụ 5	1,1 2	1,2 7	1,7 2	2,0 6	3,0 1	2,9 6	2,1 8	2,2 7	2,2 9	2,3 7	2,4 7	2,5 7	2,8 5	3,1 1
Ví dụ 6	1,1 3	1,3 0	1,7 3	2,0 7	3,0 2	2,9 8	2,2 0	2,2 8	2,3 0	2,3 9	2,4 9	2,6 2	2,9	3,1 7
Ví dụ 7	1,1 4	1,3 1	1,7 3	2,0 7	3,0 2	2,9 8	2,2 0	2,2 8	2,3 0	2,3 9	2,5 0	2,6 2	2,9 1	3,1 9
Ví dụ 8	1,1 0	1,2 9	1,7 2	2,0 6	3,0 1	2,9 6	2,1 8	2,2 6	2,3 0	2,3 9	2,4 8	2,5 9	2,8 8	3,1 5
Ví dụ 9	1,2 1	1,3 2	1,8 2	2,0 8	3,0 2	2,9 7	2,1 9	2,2 8	2,3 2	2,4 2	2,5 1	2,6 1	2,9 7	3,3 5
Ví dụ 10	1,1 0	1,2 3	1,7 7	2,0 9	3,0 6	2,9 9	2,2 8	2,2 9	2,3 3	2,4 2	2,5 0	2,5 6	2,8 3	3,1 1
Ví dụ 11	1,1 3	1,3 2	1,8 0	2,0 4	3,0 5	2,9 8	2,1 2	2,2 3	2,3 2	2,4 1	2,4 8	2,5 4	2,8 6	3,1 3
Ví dụ 12	1,0 8	1,3 3	1,7 3	2,0 7	3,0 4	3,0 0	2,1 3	2,2 3	2,3 5	2,4 2	2,4 9	2,5 1	2,8 9	3,1 8
Ví dụ 13	1,1 6	1,3 0	1,7 4	2,0 9	3,0 3	2,9 3	2,1 2	2,2 9	2,3 0	2,4 0	2,4 3	2,5 9	2,8 8	3,1 9
Ví dụ 14	1,1 4	1,3 9	1,7 7	2,0 8	3,0 9	2,9 9	2,2 3	2,2 6	2,3 3	2,4 2	2,5 1	2,6 6	2,9 1	3,2 7
Ví dụ 15	1,2 8	1,3 5	1,7 5	2,0 5	3,1 2	3,0 2	2,2 4	2,2 7	2,3 2	2,4 3	2,5 4	2,6 8	2,9 1	3,2 9
Ví dụ so	0,9	1,2	1,6	1,8	2,9	2,9	2,1	2,2	2,2	2,2	2,3	2,4	2,8	3,0

sánh 1	8	2	0	4	5	3	5	2	1	6	2	9	3	7
Ví dụ so sánh 2	0,8	1,0	1,4	1,7	2,9	2,9	2,1	2,1	2,0	2,0	2,1	2,5	2,7	3,0
Ví dụ so sánh 3	1,0	1,2	1,5	1,7	2,9	2,9	2,1	2,2	2,1	2,1	2,2	2,4	2,8	3,0
	3	1	5	8	2	3	4	1	7	9	5	7	2	8

Từ bảng 2 có thể thấy rằng hệ số tách ($\beta_{Ln/Y}$) của axit N,N-đihydrocacbonyl amit carboxylic của các ví dụ từ 1 đến 15 cho mỗi nguyên tố đất hiếm là cao hơn so với hệ số trong các ví dụ so sánh từ 1 đến 3. Axit N,N-đihydrocacbonyl amit carboxylic được xác định theo sáng chế có thể tách và tinh chế nguyên tố ytri tốt hơn từ các nguyên liệu thô đất hiếm đã trộn.

Ví dụ thử nghiệm 3

Thử nghiệm độ ổn định

Độ ổn định của hợp chất I-1 điều chế được trong Ví dụ 1 trên đây được thử nghiệm theo quy trình sau: Hợp chất I-1 được điều chế thành dung dịch chiết bằng cách hòa tan 50,9g của hợp chất I-1 trong 100 mL toluen để điều chế dung dịch chiết có nồng độ là 1,0mol/l; 50 mL dung dịch chiết và 50 mL dung dịch axit hydrocloric có nồng độ 6 mol/L được trộn và khuấy trong 15 ngày, và 50 mL dung dịch chiết khác và 50 mL dung dịch natri hydroxit có nồng độ 6 mol/L được trộn và khuấy trong 15 ngày, và đó tỷ lệ hao hụt chất chiết trong cả hai hợp chất được thử nghiệm bằng NMR. Độ ổn định của hợp chất theo các ví dụ từ 2 đến 15 và các ví dụ so sánh được thử nghiệm theo phương pháp tương tự như với hợp chất I-1;

Các kết quả thử nghiệm cụ thể (tỷ lệ hao hụt chất chiết trong môi trường axit hydrocloric và môi trường kiềm lỏng) được thể hiện trong Bảng 3 dưới đây:

Bảng 3

Danh mục	Trong môi trường axit hydrocloric, tỷ lệ hao hụt chất chiết (%)	Trong môi trường kiềm lỏng, tỷ lệ hao hụt chất chiết (%)
----------	---	--

Ví dụ 1	0,04	0,06
Ví dụ 2	0,04	0,06
Ví dụ 3	0,04	0,06
Ví dụ 4	0,04	0,06
Ví dụ 5	0,04	0,06
Ví dụ 6	0,05	0,07
Ví dụ 7	0,04	0,06
Ví dụ 8	0,05	0,07
Ví dụ 9	0,04	0,06
Ví dụ 10	0,04	0,06
Ví dụ 11	0,04	0,06
Ví dụ 12	0,02	0,05
Ví dụ 13	0,04	0,07
Ví dụ 14	0,03	0,06
Ví dụ 15	0,04	0,07
Ví dụ so sánh 1	0,07	0,08
Ví dụ so sánh 2	0,07	0,09
Ví dụ so sánh 3	0,06	0,08

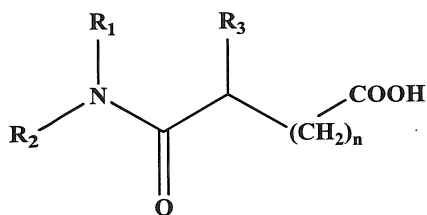
Có thể thấy từ dữ liệu thử nghiệm trong Bảng 3 rằng, tỷ lệ hao hụt axit N,N-đihydrocacbonyl amit carboxylic trong môi trường axit hydrocloric là dưới 0,05%; và tỷ lệ hao hụt trong môi trường lỏng natri hydroxit là dưới 0,07%. Do vậy, axit

N,N-dihydrocannabinol amit carboxylic được điều chế theo sáng chế có độ ổn định hóa học tuyệt vời và có thể chịu được axit mạnh và kiềm mạnh mà không bị phân hủy.

Người nộp đơn tuyên bố rằng phương pháp điều chế và sử dụng axit N,N-dihydrocannabinol amit carboxylic theo sáng chế được minh họa bởi các ví dụ trên đây, nhưng sáng chế chỉ không giới hạn ở các ví dụ này, điều này không có nghĩa là sáng chế chỉ nên được thực hiện bằng cách dựa vào các ví dụ trên đây. Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật tương ứng nên hiểu rằng bất cứ sự cải tiến nào với sáng chế, sự thay thế tương đương của các nguyên liệu thô, bổ sung các thành phần phụ, lựa chọn các phương án cụ thể v.v. sẽ thuộc phạm vi bảo hộ và bộc lộ của sáng chế.

Yêu cầu bảo hộ

1. Hợp chất axit N,N-đihydrocacbonyl amit carboxylic có cấu trúc có công thức I:



Công thức I

trong đó, mỗi R_1 và R_2 độc lập là C6-C30 hydrocacbonyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, bão hòa hoặc không bão hòa, và được thế hoặc không được thế, và trong C6-C30 hydrocacbonyl được thế, nhóm thế là halogen.

R_3 là C6-C30 hydrocacbonyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, bão hòa hoặc không bão hòa, và không được thế;

N là số tự nhiên từ 1 đến 10.

2. Hợp chất axit N,N-đihydrocacbonyl amit carboxylic theo điểm 1, trong đó, mỗi R_1 và R_2 độc lập là C6-C18 hydrocacbonyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, bão hòa hoặc không bão hòa, và được thế hoặc không được thế.

3. Hợp chất axit N,N-đihydrocacbonyl amit carboxylic theo điểm 1 hoặc 2, trong đó mỗi R_1 và R_2 độc lập là C6 hydrocacbonyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, bão hòa hoặc không bão hòa và không được thế.

4. Hợp chất axit N,N-đihydrocacbonyl amit carboxylic theo điểm 1, trong đó mỗi R_1 và R_2 độc lập là C6-C30 hydrocacbonyl mạch nhánh, bão hòa hoặc không bão hòa và không được thế.

5. Hợp chất axit N,N-đihydrocacbonyl amit carboxylic theo điểm 4, trong đó, mỗi R_1 và R_2 độc lập là C6-C10 hydrocacbonyl mạch nhánh, bão hòa hoặc không bão hòa, và không được thế.

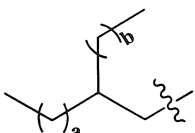
6. Hợp chất axit N,N-đihydrocacbonyl amit carboxylic theo điểm 1, trong đó mỗi R_1 và R_2 độc lập là C6-C30 alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh và không được thế.

7. Hợp chất axit N,N-đihydrocacbonyl amit carboxylic theo điểm 6, trong đó mỗi R_1 và R_2 độc lập là C6-C18 alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh và không được thế.

8. Hợp chất axit N,N-đihydrocacbonyl amit carboxylic theo điểm 7, trong đó mỗi R₁ và R₂ độc lập là C₆-C₁₀ alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh và không được thế.

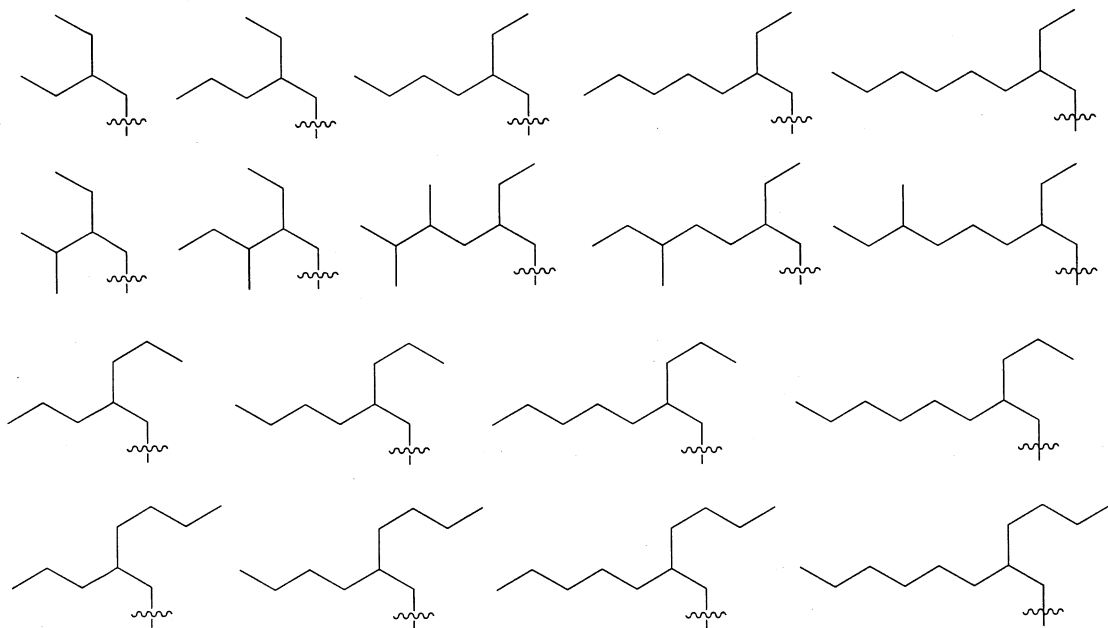
9. Hợp chất axit N,N-đihydrocacbonyl amit carboxylic theo điểm 1 hoặc 2, trong đó n là số tự nhiên từ 1 đến 6.

10. Hợp chất axit N,N-đihydrocacbonyl amit carboxylic theo điểm 1 hoặc 2, trong đó

mỗi R₁ và R₂ độc lập là , trong đó $2 \leq a+b \leq 10$,  là vị trí liên kết.

11. Hợp chất axit N,N-đihydrocacbonyl amit carboxylic theo điểm 1 hoặc 2, trong đó R₁ và R₂ độc lập là nhóm bất kỳ được chọn từ nhóm bao gồm các nhóm sau đây, trong

đó  là vị trí liên kết,



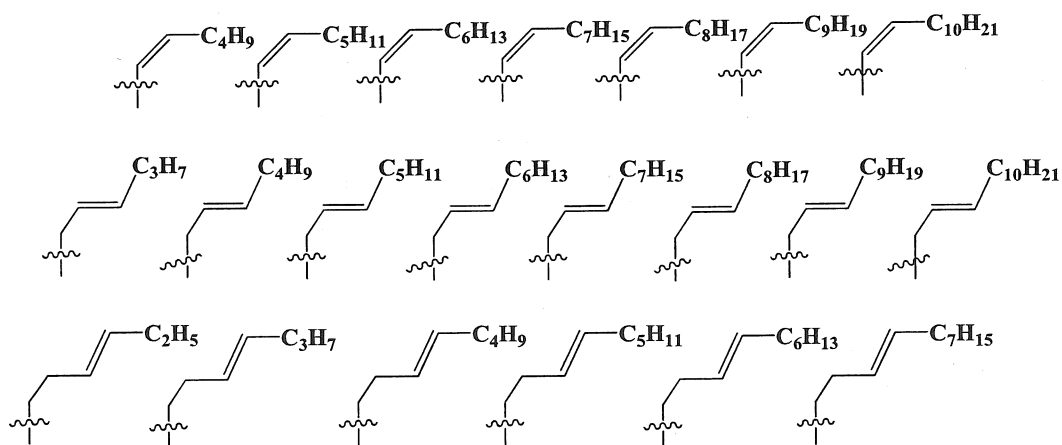
12. Hợp chất axit N,N-đihydrocacbonyl amit carboxylic theo điểm 1 hoặc 2, trong đó R₃ được chọn từ C₆ hydrocacbonyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, bão hòa hoặc không bão hòa, và không được thế; tốt hơn là C₆-C₃₀ hydrocacbonyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, bão hòa hoặc không bão hòa, và được thế hoặc không được thế.

13. Hợp chất axit N,N-đihydrocacbonyl amit carboxylic theo điểm 1 hoặc 2, trong đó R₃ được chọn từ C₆ hydrocacbonyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, không bão hòa, và không được thế.

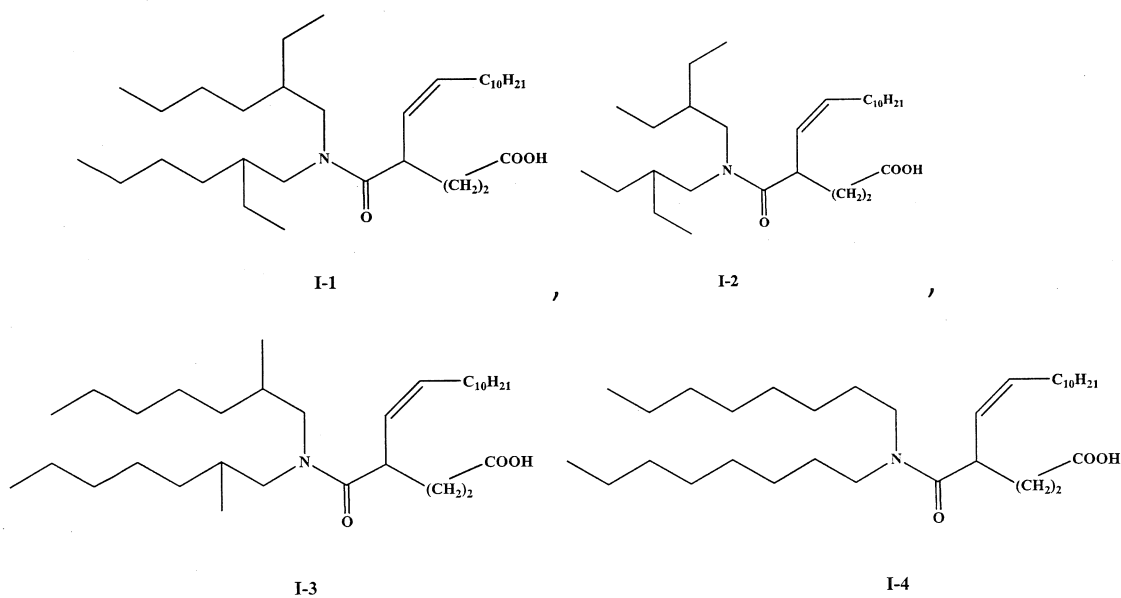
14. Hợp chất axit N,N-đihydrocacbonyl amit carboxylic theo điểm 1 hoặc 2, trong đó R_3 là C10alkenyl mạch thẳng.

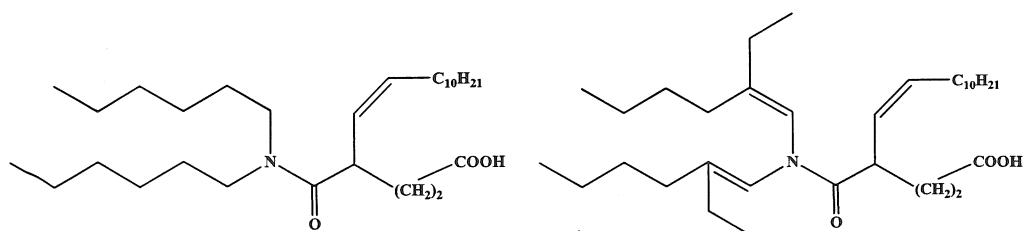
15. Hợp chất axit N,N-đihydrocacbonyl amit carboxylic theo điểm 1 hoặc 2, trong đó R_3 là C10-C18alkenyl mạch thẳng.

16. Hợp chất axit N,N-đihydrocacbonyl amit carboxylic theo điểm 1 hoặc 2, trong đó R_3 là nhóm bất kỳ được chọn từ nhóm bao gồm các nhóm sau, trong đó  là vị trí liên kết,



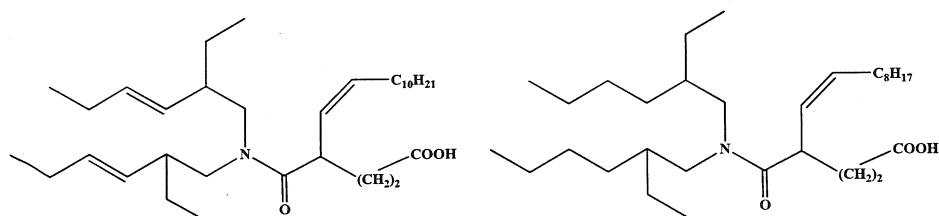
17. Hợp chất axit N,N-đihydrocacbonyl amit carboxylic theo điểm 1, trong đó axit N,N-đihydrocacbonyl amit carboxylic có một trong các cấu trúc bất kỳ sau:





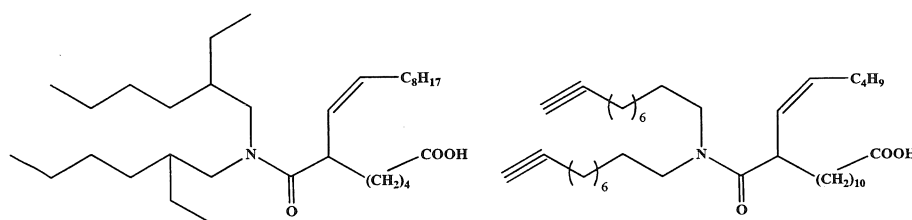
I-5

I-6



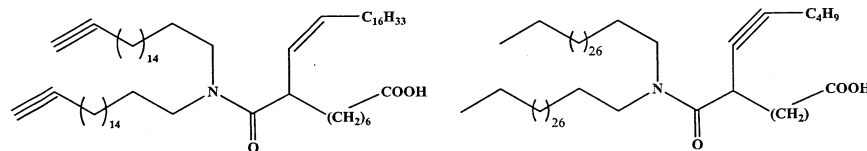
I-7

I-8



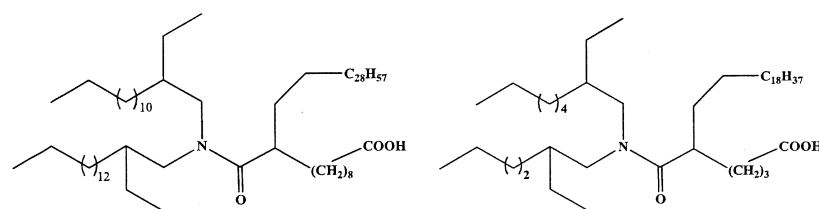
I-9

I-10



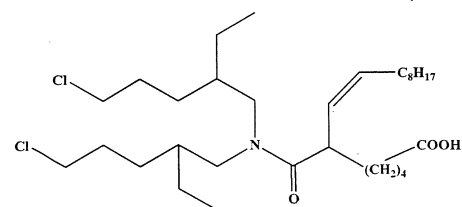
I-11

I-12



I-13

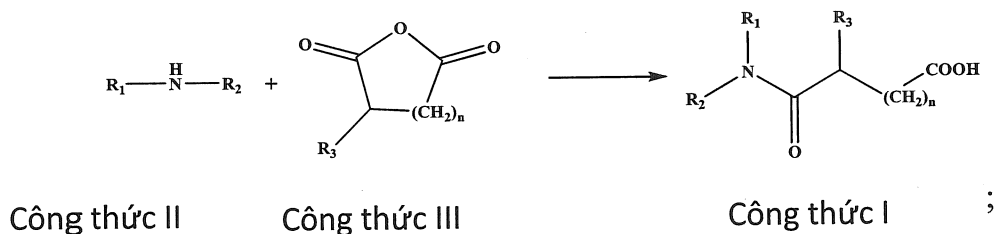
I-14



I-15

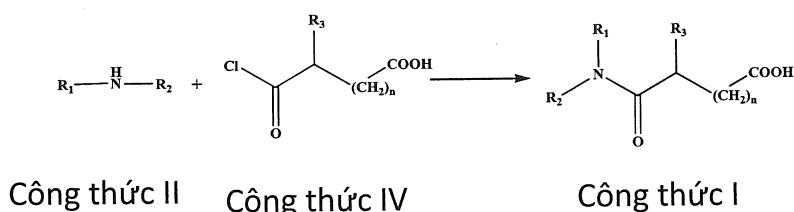
18. Phương pháp điều chế axit N,N-đihydrocacbonyl amit carboxylic theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 17 bao gồm bước:

trộn và phản ứng amin bậc hai N,N-đihydrocacbonyl có công thức II và hợp chất anhydrit có công thức III để thu được axit N,N-đihydrocacbonyl amit carboxylic có công thức I, như được thể hiện trong Sơ đồ phản ứng sau:



trong đó R₁, R₂ và R₃ được xác định như theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 17, và n là số tự nhiên từ 1 đến 10;

hoặc trộn và phản ứng amin bậc hai N,N-đihydrocacbonyl có công thức II và hợp chất axit carboxylic - monoaxyl clorua có công thức IV để thu được axit N,N-đihydrocacbonyl amit carboxylic có công thức I, như được thể hiện trong Sơ đồ phản ứng sau đây:



trong đó, R₁, R₂ và R₃ được xác định theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 17, và n là số tự nhiên từ 1 đến 10.

19. Phương pháp điều chế axit N,N-đihydrocacbonyl amit carboxylic theo điểm 18, trong đó tỷ lệ mol giữa amin bậc hai N,N-đihydrocacbonyl có công thức II và hợp chất anhydrit có công thức III là 1: (0,8-1,2).

20. Phương pháp điều chế axit N,N-đihydrocacbonyl amit carboxylic theo điểm 18, trong đó tỷ lệ mol giữa amin bậc hai N,N-đihydrocacbonyl có công thức II và hợp chất axit carboxylic - mono axyl clorua có công thức IV là 1: (0,8-1,2).

21. Phương pháp điều chế axit N,N-đihydrocacbonyl amit carboxylic theo điểm 18 hoặc 19, trong đó amin bậc hai N,N-đihydrocacbonyl có công thức II và hợp chất

anhydrit có công thức III được trộn và phản ứng ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 0 °C đến 125 °C trong từ 0,5 đến 4 giờ.

22. Phương pháp điều chế axit N,N-dihiđrocacbonyl amit carboxylic theo điểm 18 hoặc 19, trong đó amin bậc hai N,N-dihiđrocacbonyl có công thức II và hợp chất axit carboxylic -mono axyl clorua có công thức IV được trộn và phản ứng ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 0 °C đến 125 °C trong từ 0,5 đến 4 giờ.

23. Phương pháp điều chế axit N,N-dihiđrocacbonyl amit carboxylic theo điểm 18, trong đó amin bậc hai N,N-dihiđrocacbonyl có công thức II và hợp chất anhydrit có công thức III được trộn và được phản ứng trong điều kiện không có dung môi hoặc có dung môi.

24. Phương pháp điều chế axit N,N-dihiđrocacbonyl amit carboxylic theo điểm 18, trong đó amin bậc hai N,N-dihiđrocacbonyl có công thức II và hợp chất axit carboxylic - monoaxyl clorua có công thức IV được trộn và phản ứng trong điều kiện không có dung môi hoặc có dung môi.

25. Phương pháp điều chế axit N,N-dihiđrocacbonyl amit carboxylic theo điểm 18, dung môi là dung môi trơ và được chọn từ một hoặc dạng kết hợp bất kỳ của ít nhất hai dung môi trong số hexan, điclometan, ete dầu mỏ, toluen, xylen hoặc dầu hỏa.

Fig. 1

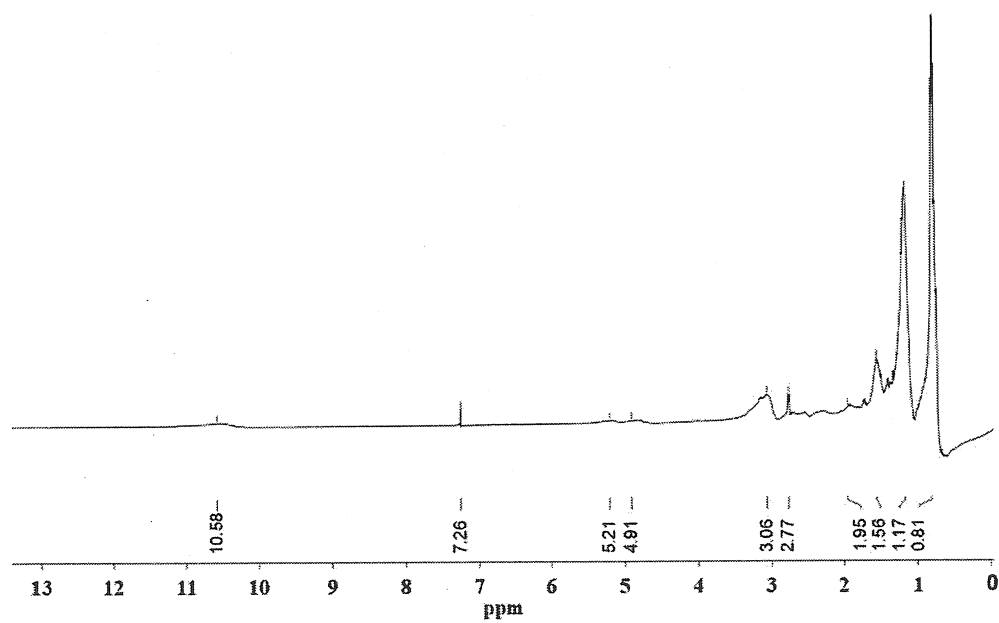


Fig. 2

