



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 106103401 B

(45)授权公告日 2018.01.16

(21)申请号 201580012707.7

(22)申请日 2015.05.21

(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 106103401 A

(43)申请公布日 2016.11.09

(30)优先权数据
102014210835.7 2014.06.06 DE

(85)PCT国际申请进入国家阶段日
2016.09.08

(86)PCT国际申请的申请数据
PCT/EP2015/061231 2015.05.21

(87)PCT国际申请的公布数据
W02015/185365 DE 2015.12.10

(73)专利权人 瓦克化学股份公司
地址 德国慕尼黑

(72)发明人 P·吉格莱尔 J·施托雷尔

(74)专利代理机构 永新专利商标代理有限公司
72002

代理人 苗征 于辉

(51)Int.Cl.
C07C 67/10(2006.01)
C07C 69/24(2006.01)
C07C 67/60(2006.01)
C07C 51/56(2006.01)
C07C 53/126(2006.01)
C07C 51/573(2006.01)
C07C 67/54(2006.01)

(56)对比文件
CN 102627558 A,2012.08.08,
CN 102775298 A,2012.11.14,
WO 9209554 A1,1992.06.11,
CN 103025702 A,2013.04.03,
CN 1251084 A,2000.04.19,

审查员 张保集

权利要求书1页 说明书5页

(54)发明名称

用于分离高沸点羧酸乙烯酯/羧酸混合物的方法

(57)摘要

本发明涉及用于分离含有至少一种通式R'-C(O)O-CH=CH₂的羧酸乙烯酯和至少一种通式R'-COOH的羧酸的混合物的方法,其中在每种情况下R'可以为具有12-22个碳原子的脂族基团或者具有12-22个碳原子的脂环族基团或者具有12-22个碳原子的芳基,并且R'可以相同或不同,其特征在于将所述羧酸转化为其酸酐R'-C(O)-O-C(O)-R'并随后分离羧酸乙烯酯。

1. 用于分离包含至少一种通式 $R'-C(O)O-CH=CH_2$ 的羧酸乙烯酯和至少一种通式 $R'-COOH$ 的羧酸的混合物的方法,其中在每种情况下 R' 可以为具有12-22个碳原子的脂族基团或者具有12-22个碳原子的脂环族基团或者具有12-22个碳原子的芳基,并且 R' 可以相同或不同,其特征在于将所述羧酸转化为其酸酐 $R'-C(O)-O-C(O)-R'$ 并随后除去羧酸乙烯酯。

2. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于所述羧酸 $R'-COOH$ 转化为相应的酸酐 $R'-C(O)-O-C(O)-R'$ 是通过与通式 $R^*-C(O)-O-C(O)-R^*$ 的酸酐的反应而进行,其中 R^* 相同或不同,并且表示具有1-10个碳原子的脂族基团或者具有至多10个碳原子的脂环族基团或者具有至多10个碳原子的芳基。

3. 根据权利要求2所述的方法,其特征在于使用相对于羧酸 $R'-COOH$ 为0.1-5摩尔当量的酸酐 $R^*-C(O)-O-C(O)-R^*$,并且所述反应在 $0^\circ C-150^\circ C$ 的温度下、0.001-10bar绝对压力下进行,反应时间至多为5小时。

4. 根据权利要求2或3所述的方法,其特征在于所用的通式 $R^*-C(O)-O-C(O)-R^*$ 的酸酐选自乙酸、丙酸、正丁酸、异丁酸、正戊酸、2-甲基丁酸、3-甲基丁酸、新戊酸、己酸、环己烷羧酸、正庚酸、2-甲基己酸、2-乙基己酸、正辛酸、正壬酸、异壬酸、新壬酸、正癸酸、新癸酸的酸酐。

5. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于所述羧酸 $R'-COOH$ 转化为相应酸酐 $R'-C(O)-O-C(O)-R'$ 是通过与通式 $R-C(O)O-CH=CH_2$ 的羧酸乙烯酯的过渡金属催化的反应性蒸馏而进行,其中 R 可以为具有1-10个碳原子的脂族基团或者具有至多10个碳原子的脂环族基团或者具有至多10个碳原子的芳基。

6. 根据权利要求5所述的方法,其特征在于所述反应性蒸馏在作为催化剂的Ru化合物或Pd化合物存在下进行,羧酸乙烯酯 $R-C(O)O-CH=CH_2$ 与羧酸 $R'-COOH$ 的摩尔比为1:1至40:1,并且在 $100-180^\circ C$ 的温度下进行。

7. 根据权利要求5或6所述的方法,其特征在于所用的羧酸乙烯酯 $R-C(O)O-CH=CH_2$ 为基团 R 是具有1-6个碳原子的烷基的羧酸乙烯酯。

8. 根据权利要求7所述的方法,其特征在于所述羧酸乙烯酯是乙酸乙烯酯。

9. 根据权利要求1-3之一所述的方法,其特征在于利用蒸馏除去羧酸乙烯酯。

10. 根据权利要求1-3之一所述的方法,其特征在于在通式 $R'-COOH$ 的羧酸与通式 $R-C(O)O-CH=CH_2$ 的羧酸乙烯酯的乙烯基交换反应之后进行所述方法。

11. 根据权利要求10所述的方法,其特征在于在乙酸乙烯酯与硬脂酸和/或棕榈酸的乙烯基交换反应之后进行所述方法,所述乙烯基交换反应使用钨或钼催化剂进行催化。

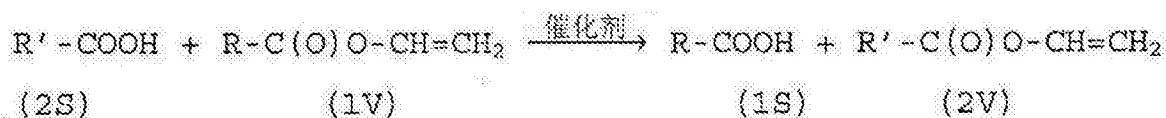
用于分离高沸点羧酸乙烯酯/羧酸混合物的方法

[0001] 本发明涉及用于分离高沸点的羧酸乙烯酯/羧酸混合物的方法。

[0002] 高沸点羧酸乙烯酯和高沸点羧酸的混合物的蒸馏分离随着组分的分子量的增大而变得越发困难。术语高沸点羧酸乙烯酯和高沸点羧酸应理解是指各自在羧酸基上具有至少12个碳原子的乙烯基碳酸酯和羧酸。其难于分馏的原因是沸点非常高且彼此接近。这例如由棕榈酸乙烯酯(1bar绝对压力下为346℃)和棕榈酸(1bar绝对压力下为351℃)或者硬脂酸乙烯酯(1bar绝对压力下为385℃)和硬脂酸(1bar绝对压力下为361℃)可以明显看出。这种沸点非常高且接近的组分的蒸馏分馏在大的工业规模上是不可能的,尤其是在混合物中存在不同链长的羧酸/羧酸乙烯酯的情况下。

[0003] 例如在反应物羧酸具有至少12个碳原子时的羧酸的乙烯基交换反应(transvinylation)中产生这种羧酸乙烯酯和羧酸的混合物。乙烯基交换反应是使乙烯基单元由反应物乙烯基酯(1V)转移至反应物羧酸(2S)以产生产物乙烯基酯(2V)和反应物乙烯基酯的对应酸(1S)。

[0004]



[0005] 蒸馏去除低沸点组分(通常为反应物乙烯基酯,例如乙酸乙烯酯及其对应酸,例如乙酸)提供了待分离的羧酸乙烯酯和羧酸的混合物。

[0006] 借助乙烯基交换反应而生产高沸点羧酸乙烯酯例如描述于许多专利公开之中。用于制备棕榈酸乙烯酯和硬脂酸乙烯酯的钨-催化的乙烯基交换反应描述于W02011/139360A1(实施例69和70)、JP 05-279296A(实施例1)和US5,214,172A(实施例19-40和56-57),而汞-催化的变化方案描述于申请US3,158,633A(实施例1-5)、GB 827718A(实施例15)中。W02011/139360A1没有阐述产物混合物的后处理(workup)。JP05-279296在这方面也未提供任何线索。US5,214,172A涉及钨催化剂在乙烯基交换反应中的活性,而没有解决产物混合物的后处理。US3,158,633A也没有阐述反应产物的后处理。GB 827718提及产物乙烯基酯可以被蒸馏出,但没有描述具体措施。

[0007] 通过分馏蒸馏而除去硬脂酸乙烯酯可参见JP 07-138203A(实施例8)、US4,425,277A(实施例24)和US3,188,319A(实施例2)。但并未描述该分离方法的精确配置,同样未描述蒸馏馏分的化学分析。仅仅在US3,188,319A的实施例2中报导了产物的沸点,即在5mmHg下为203℃(在1bar下~376℃)。按理说在这些情况下会除去硬脂酸和硬脂酸乙烯酯的混合物,因为硬脂酸的沸点(在1bar下为361℃)低于相应硬脂酸乙烯酯(在1bar下为385℃)。

[0008] 专利US3,000,918A要求保护用于分离羧酸乙烯酯/羧酸混合物的方法,其中通过加入氢氧化钠而使羧酸转化为对应的低挥发性Na盐,其可以通过过滤而从羧酸乙烯酯中除去。然后通过蒸馏而纯化所述酯。相同的方法在US3,179,641A中利用而制备苯基硬脂酸乙烯酯。如在实施例1中所述,在除去乙酸乙烯酯和乙酸之后,通过加入氢氧化钠而使剩余苯基硬脂酸转化为低挥发性Na盐,并且通过蒸馏而除去乙烯基酯。除去Na盐需要固体-液体的分离步骤,这需要大的工艺工程复杂性并成为该方法的不利之处。虽然将Na盐转化回

羧酸之后可以将其再次使用,但这也需要额外的化学处理步骤。两个说明书还描述了如果不预先除去反应物羧酸,在蒸馏过程中会发生乙烯基酯的分解反应和聚合。

[0009] GB 869830A公开了生产硬脂酸乙烯酯的方法,其中通过用脂族烃萃取而从硬脂酸中除去硬脂酸乙烯酯。然后可以任选地进行通过多种吸收剂的进一步纯化。该作者描述在使用市售硬脂酸时,该方法仅适用于棕榈酸比例至多为30%,这是由于随着棕榈树比例的增加,萃取变得更加困难。因而不可能用该方法分离基于具有棕榈酸比例至多为50重量%的市售硬脂酸50的羧酸乙烯酯/羧酸混合物。这种萃取方法也描述于如下说明书中:US2,997,494A(实施例1)、US2,997,495A(实施例7)、GB 869828A(实施例1)和US3,201,357A(实施例12)中。

[0010] 高沸点羧酸乙烯酯不再可能通过蒸馏而与相应的羧酸进行分离。尤其是来自乙烯基交换反应的基于高沸点羧酸的产物,例如市售棕榈酸和硬脂酸的混合物。除了用于由>70重量%纯度的硬脂酸而生产的硬脂酸乙烯酯的萃取方法之外,现有技术描述了将羧酸反应性地转化为相应的低挥发性Na羧酸盐。然而,这些方法需要复杂的固体-液体分离步骤,以及额外的化学处理步骤以将Na羧酸盐转化回羧酸。不需要除去固体和转化回羧酸的复杂处理步骤的更广泛可用于分离高沸点羧酸乙烯酯/羧酸混合物的方法迄今还属未知。

[0011] 因此,本发明解决的问题是开发用于分离高沸点羧酸乙烯酯/羧酸混合物的方法,其对高沸点羧酸乙烯酯/羧酸或相应混合物具有广泛适用性并且也不需要复杂的固体-液体分离步骤。

[0012] 本发明提供用于分离包含至少一种通式 $R'-C(O)O-CH=CH_2$ 的羧酸乙烯酯和至少一种通式 $R'-COOH$ 的羧酸的混合物的方法,其中在每种情况下 R' 可以为具有12-22个碳原子的脂族基团或者具有12-22个碳原子的脂环族基团或者具有12-22个碳原子的芳基,并且 R' 可以相同或不同,其特征在于将所述羧酸转化为其酸酐 $R'-C(O)-O-C(O)-R'$ 并随后除去羧酸乙烯酯。

[0013] 该方法可以从一种混合物中除去通式 $R'-C(O)O-CH=CH_2$ 的羧酸乙烯酯,其中 R' 为具有12-22个碳原子的脂族基团或者具有12-22个碳原子的脂环族基团或者具有12-22个碳原子的芳基。在所述混合物中也可以存在具有不同基团 R' 的羧酸乙烯酯。实例包括月桂酸、肉豆蔻酸、棕榈酸、硬脂酸、萘羧酸或其混合物的乙烯基酯。特别优选使用具有15-22个碳原子的羧酸,例如棕榈酸和硬脂酸及其混合物的乙烯基酯。

[0014] 可以在混合物中与羧酸乙烯酯存在的羧酸为通式 $R'-COOH$ 的羧酸,其中 R' 可以为具有12-22个碳原子的脂族基团或者具有12-22个碳原子的脂环族基团或者具有12-22个碳原子的芳基。在混合物中也可以存在具有不同基团 R' 的羧酸。其实例包括月桂酸、肉豆蔻酸、棕榈酸、硬脂酸、萘羧酸或其混合物。特别优选具有15-22个碳原子的脂肪酸,例如棕榈酸和硬脂酸及其混合物。

[0015] 羧酸 $R'-COOH$ 和羧酸乙烯酯 $R'-C(O)O-CH=CH_2$ 的混合物可以包含例如来自乙烯基交换反应的其他组分,例如催化剂、酸酐、酸和聚合物成分。

[0016] 羧酸 $R'-COOH$ 相对于羧酸乙烯酯 $R'-C(O)O-CH=CH_2$ 和羧酸 $R'-COOH$ 的混合物的摩尔分数 x 可以为 $0\text{mol}\% < x < 100\%$,优选比例为 $0.01\text{mol}\% < x < 50\text{mol}\%$,特别优选比例为 $0.1\text{mol}\% < x < 30\text{mol}\%$ 。

[0017] 在第一优选实施方案中,羧酸 $R'-COOH$ 转化为相应的酸酐 $R'-C(O)-O-C(O)-R'$ 是通

过与通式 $R^*-C(O)-O-C(O)-R^*$ 的酸酐的反应而进行,其中 R^* 相同或不同,并且表示具有1-10个碳原子的脂族基团或者具有至多10个碳原子的脂环族基团或者具有至多10个碳原子的芳基。其实例包括如下酸的酸酐:乙酸、丙酸、正丁酸、异丁酸、正戊酸、2-甲基丁酸、3-甲基丁酸、新戊酸、己酸、环己烷羧酸、正庚酸、2-甲基己酸、2-乙基己酸、正辛酸、正壬酸、异壬酸、新壬酸、正癸酸、新癸酸。优选使用乙酸的酸酐(乙酸酐)。

[0018] 相对于羧酸 $R'-COOH$ 使用0.1-5摩尔当量的酸酐 $R^*-C(O)-O-C(O)-R^*$ 。优选使用0.25-3摩尔当量的酸酐,特别优选0.5-2摩尔当量,在每种情况下相对于羧酸 $R'-COOH$ 。

[0019] 包含羧酸乙烯酯 $R'-C(O)O-CH=CH_2$ 和羧酸 $R'-COOH$ 的混合物与酸酐 $R^*-C(O)-O-C(O)-R^*$ 的反应通常在 $0^\circ C-150^\circ C$,优选 $30^\circ C-120^\circ C$,特别优选 $50^\circ C-100^\circ C$ 的温度下进行。反应时间通常至多5小时,优选至多2小时,特别优选5-60分钟。进行反应的压力通常为0.001-10bar绝对压力,优选0.1-2bar,特别优选在标准压力(1bar绝对压力)下操作。

[0020] 在第二优选实施方案中,羧酸 $R'-COOH$ 转化为其酸酐 $R'-C(O)-O-C(O)-R'$ 可以通过与通式 $R-C(O)O-CH=CH_2$ 的羧酸乙烯酯的过渡金属催化的反应性蒸馏而进行,其中R可以为具有1-10个碳原子的脂族基团或者具有至多10个碳原子的脂环族基团或者具有至多10个碳原子的芳基。优选使用低分子量的羧酸乙烯酯,其中R为具有1-6个碳原子的烷基。特别优选使用乙酸乙烯酯。

[0021] 优选催化剂为通常用于乙烯基交换反应的Ru化合物或Pd化合物。本领域技术人员由例如W02011/139360A1、W02011/139361A1和美国专利4,981,973可知合适的催化剂,其公开内容通过引用并入本申请。优选使用Ru化合物。特别优选使用乙酸钌或本领域技术人员由未审专利申请DE102014206915和DE 102014206916中已知类型的活性Ru催化剂溶液。

[0022] 羧酸乙烯酯 $R-C(O)O-CH=CH_2$ 与羧酸 $R'-COOH$ 的摩尔比可以为1:1至40:1。优选羧酸乙烯酯与羧酸的比例为10:1至30:1,特别优选比例为15:1至25:1。

[0023] 所述反应性蒸馏通常在 $100-180^\circ C$ 的温度下,优选在 $120-160^\circ C$ 的温度下进行。进行反应性蒸馏的压力通常为1bar绝对压力。所述反应优选在保护性气体气氛,例如氮气下以本身已知的反式进行。

[0024] 在反应器中的停留时间通常为1-10小时,优选3-8小时。

[0025] 所用的反应器可以为鼓泡塔或连续搅拌槽。优选使用连续搅拌槽。

[0026] 将羧酸 $R'-COOH$ 转化为相应酸酐 $R'-C(O)-O-C(O)-R'$ 的反应性蒸馏可以分别进行或者与呈反应性蒸馏形式而实施的乙烯基交换反应一起进行。在这种情况下,一旦进行了乙烯基交换反应,反应性蒸馏继续进行,并且羧酸 $R'-COOH$ 因而转化为相应酸酐 $R'-C(O)-O-C(O)-R'$,直至反应混合物中的残余羧酸 $R'-COOH$ 的含量优选不大于5重量%。

[0027] 在两个优选实施方案中,将羧酸 $R'-COOH$ 转化为其酸酐 $R'-C(O)-O-C(O)-R'$ 之后,对由羧酸乙烯酯 $R'-C(O)O-CH=CH_2$ 和酸酐 $R'-C(O)-O-C(O)-R'$ 组成的反应混合物进行分馏。所述混合物还可以任选包含其他组分,例如催化剂、酸酐、酸和高分子成分。所述混合物的分馏优选通过蒸馏进行。蒸馏的压力和温度以及蒸馏柱的构成取决于产物混合物中存在的组分,并且可以例如借助由本领域技术人员进行的常规测试而决定。

[0028] 用于分离包含至少一种通式 $R'-C(O)O-CH=CH_2$ 的羧酸乙烯酯和至少一种通式 $R'-COOH$ 的羧酸的混合物的本发明方法可以在通式 $R'-COOH$ 的羧酸与通式 $R-C(O)O-CH=CH_2$ 的乙烯基酯的乙烯基交换反应之后进行,并且用于分馏由此得到的反应混合物。例如在使用

钨或钼催化剂的乙酸乙烯酯与硬脂酸和/或棕榈酸的乙烯基交换反应之后。乙烯基交换反应的工艺条件为本领域技术人员例如由W092/09554A1、W02011/139360A1、W02011/139361A1、W02013/117294A1、W02013/117294A1、DE 102013224491和DE 102013224496中所熟知,其公开内容以引用的方式并入本申请。

[0029] 本发明的方法可以分离任何所希望的高沸点羧酸乙烯酯和高沸点羧酸的混合物。将高沸点羧酸转化为相应更高沸点的羧酸酐可以除去羧酸乙烯酯。

[0030] 已经出人意料地发现,将高沸点羧酸通过与较低沸点酸酐反应而转化为高沸点羧酸酐可以以简单方式和高选择性而实现。

[0031] 出人意料地,通过与较低沸点羧酸乙烯酯在催化剂存在下的反应性蒸馏而将羧酸转化为更高沸点的羧酸酐也是成功的。不再需要意味着许多处理工程复杂性的固体-液体分离步骤。在高沸点羧酸乙烯酯/羧酸混合物的分馏与乙烯基交换反应一起进行时,所得的羧酸 $R'-COOH$ 的酸酐 $R'-C(O)-O-C(O)-R'$ 可以直接再次用于乙烯基交换反应,而不需要预先进行其他的化学处理步骤。

[0032] 本发明的方法可以容易地以大工业规模获得高沸点羧酸乙烯酯及其任何所希望的混合物。

实施例:

[0033] 如下实施例用于更具体地阐述本发明。

[0034] 借助定量NMR谱仪测定所报告的反应混合物的组成。

[0035] 实施例1:

[0036] 通过加入乙酸酐而分离硬脂酸乙烯酯/硬脂酸混合物

[0037] 将35g (113mmol) 硬脂酸乙烯酯 (ABCR#AB123736) 和15g (53mmol) 硬脂酸 (Merck#800673) 的混合物与8.1g (79mmol) 乙酸酐 (Aldrich#110043) 混合,并且在80°C下搅拌1小时,然后在旋转蒸发仪上除去过量的乙酸酐和所形成的乙酸。由此所得的混合物由96.2重量%硬脂酸乙烯酯、3.2重量%硬脂酸酐和0.6重量%硬脂酸组成。在100°C-120°C (0.02mbar绝对压力)下真空蒸馏得到纯度99%的硬脂酸乙烯酯。

[0038] 该实施例显示加入乙酸酐使硬脂酸转化为硬脂酸酐,并且可以经由随后的真空蒸馏以高纯度获得硬脂酸乙烯酯。

[0039] 实施例2:

[0040] 通过加入乙酸酐而从乙烯基交换反应中分离硬脂酸乙烯酯/硬脂酸混合物(不存在催化剂下)

[0041] 在100ml Berghoff高压釜中,将20.0g (70mmol) 硬脂酸 (Merck#800673)、48.4g (562mmol) 乙酸乙烯酯 (Wacker Chemie AG)、0.068g (0.3mmol) 吩噻嗪和0.086g (0.3mmol) $[Ru_3O(0Ac)_6(H_2O)_3]OAc$ (来自Umicore,呈包含4.5重量%Ru的乙酸溶液形式)在不大于10.0bar绝对压力下加热至140°C,4个小时。一旦冷却之后,在旋转蒸发仪上除去乙酸和乙酸乙烯酯。然后在154°C-173°C (1mbar绝对压力)下蒸馏除去硬脂酸乙烯酯和硬脂酸。

[0042] 将所得到的18.5g 94重量% (17.4g, 56mmol) 硬脂酸乙烯酯和6重量% (1.1g, 4mmol) 硬脂酸的混合物与0.59g (6mmol) 乙酸酐 (Aldrich#110043) 混合,并且在80°C下搅拌1小时,然后在旋转蒸发仪上除去过量的乙酸酐和所形成的乙酸。在173°C (1mbar绝对压力

Abs.)下再次真空蒸馏得到纯度99.8%的硬脂酸乙酯。

[0043] 实施例3:

[0044] 通过加入乙酸酐而从乙烷基交换反应中分离硬脂酸乙酯/硬脂酸混合物(催化剂存在下)

[0045] 在100ml Berghoff高压釜中,将20.0g (70mmol)硬脂酸(Merck#800673)、48.4g (562mmol)乙酸乙酯(Wacker Chemie AG)、0.068g (0.3mmol)吩噻嗪和0.086g (0.3mmol) $[Ru_3O(OAc)_6(H_2O)_3]OAc$ (来自Umicore,呈包含4.5重量% Ru的乙酸溶液形式)在不大于10.0bar绝对压力下加热至140°C,4个小时。一旦冷却之后,在旋转蒸发仪上除去乙酸和乙酸乙酯。

[0046] 然后将包含19.2g (62mmol)硬脂酸乙酯和1.56g (5.5mmol)硬脂酸的反应混合物与1.12g (11mmol)乙酸酐(Aldrich#110043)混合,并且在80°C下搅拌1小时,然后在旋转蒸发仪上除去过量的乙酸酐和所形成的乙酸。在105°C-130°C (0.07mbar绝对压力)下真空蒸馏得到纯度99%的硬脂酸乙酯。

[0047] 实施例4:

[0048] 通过与乙酸乙酯的反应性蒸馏而从乙烷基交换反应中分离棕榈酸乙酯/棕榈酸混合物

[0049] 220g/h的棕榈酸(Carl Roth#5907.2)和催化剂(基于 $RuCl_3$ 的活性Ru催化剂溶液,如DE 102014206915中所公开,相对于棕榈酸为1000ppm Ru)的混合物以及27.7l/min的气态乙酸乙酯加入配有汲取管的2l玻璃反应器中。以气态形式排出乙酸乙酯和所形成的乙酸,并且在反应器外冷凝。该反应以1750ml的恒定反应器填充体积进行,平均停留时间为6.7小时,内部反应器温度为140°C。得到由76重量%棕榈酸乙酯、20重量%棕榈酸酐和4重量%棕榈酸组成的混合物。经由在150°C (1mbar绝对压力)下的真空蒸馏而除去棕榈酸乙酯。

[0050] 实施例5:

[0051] 通过与乙酸乙酯的反应性蒸馏而从乙烷基交换反应中分离硬脂酸乙酯/硬脂酸混合物

[0052] 225g/h的硬脂酸(Carl Roth#9459.2)和催化剂(基于 $RuCl_3$ 的活性Ru催化剂溶液,如DE 102014206915中所公开,相对于硬脂酸为1000ppm Ru)的混合物以及25.5l/min的气态乙酸乙酯加入配有汲取管的2l玻璃反应器中。以气态形式排出乙酸乙酯和所形成的乙酸,并且在反应器外冷凝。该反应以1750ml的恒定反应器填充体积进行,平均停留时间为6.7小时,内部反应器温度为140°C。得到由79重量%硬脂酸乙酯、18重量%硬脂酸酐和3重量%硬脂酸组成的混合物。经由在175°C (1mbar绝对压力)下的真空蒸馏而除去硬脂酸乙酯。