



(10) 申请公布号 CN 116783156 A

(43) 申请公布日 2023.09.19

(21) 申请号 202280012492.9

(22) 申请日 2022.01.31

(30) 优先权数据

FR2100997 2021.02.02 FR

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2023.07.31

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/FR2022/050165 2022.01.31

(87) PCT国际申请的公布数据

W02022/167748 FR 2022.08.11

(71) 申请人 阿科玛法国公司

地址 法国科隆布

(72) 发明人 J-F·德沃克斯 B·皮斯

(74) 专利代理机构 北京市柳沈律师事务所

11105

专利代理师 詹承斌

(51) Int.Cl.

C07C 227/08 (2006.01)

权利要求书1页 说明书7页

(54) 发明名称

溴代链烷酸的氨解方法

(57) 摘要

本发明主要涉及通过使相应的 $\omega$ -溴代链烷酸与氨反应而生产式 $\text{NH}_2-(\text{CH}_2)_n-\text{COOH}$ 的 $\omega$ -氨基链烷酸的工艺,其中 $n$ 是9至11的整数,该工艺包括以下步骤:i)使所述 $\omega$ -溴代链烷酸与过量氨水溶液反应,和ii)从反应混合物中分离形成的 $\omega$ -氨基链烷酸,其特征在于,所述氨水溶液具有35重量%至70重量%的浓度,以及在于阶段i)在高于大气压、在0.11至2.0MPa绝对压力的压力下进行。

1. 藉由使相应的  $\omega$ -溴代链烷酸与氨反应的式  $\text{NH}_2-(\text{CH}_2)_n-\text{COOH}$  的  $\omega$ -氨基链烷酸的制造工艺, 其中  $n$  是 9 至 11 的整数, 该工艺包括以下阶段:

i) 使所述  $\omega$ -溴代链烷酸与过量氨水溶液反应, 和

ii) 从反应混合物中分离形成的  $\omega$ -氨基链烷酸,

其特征在于, 所述氨水溶液表现出 35 重量% 至 70 重量% 的浓度, 并且阶段 i) 在大于大气压、0.11 至 2.0 MPa 绝对压力的压力下进行。

2. 根据权利要求 1 的制造工艺, 其中阶段 i) 在 0 和 60°C 之间的温度下进行。

3. 根据权利要求 2 的制造工艺, 其中阶段 i) 在恒定温度下进行。

4. 根据权利要求 2 的制造工艺, 其中阶段 i) 在升高的温度下进行。

5. 根据权利要求 4 的制造工艺, 其中阶段 i) 在升高的温度下进行, 初始温度范围为 0 至 25°C, 且最终温度范围为 26 至 60°C。

6. 根据权利要求 1 至 5 中任一项所述的制造工艺, 其中所述氨水溶液表现出 36 重量% 至 60 重量%、优选 38 重量% 至 45 重量% 的浓度。

7. 根据权利要求 1 至 6 中任一项所述的制造工艺, 其中在阶段 i) 开始时的  $\omega$ -溴代链烷酸对氨水溶液的重量比为 1:3 至 1:20。

8. 根据权利要求 1 至 7 中任一项所述的制造工艺, 其中所述工艺在 0.125 至 0.5 MPa 的绝对压力下进行。

9. 根据权利要求 8 的制造工艺, 其中所述工艺在 0.13 至 0.3 MPa 的绝对压力下进行。

10. 根据权利要求 1 至 9 中任一项所述的制造工艺, 所述工艺连续进行。

11. 根据权利要求 1 至 9 中任一项所述的制造工艺, 所述工艺分批进行。

12. 根据权利要求 1 至 11 中任一项所述的工艺, 所述工艺还包括如下的阶段 iii): 洗涤和排出在阶段 ii) 结束时获得的  $\omega$ -氨基链烷酸。

13. 根据权利要求 12 所述的工艺, 所述工艺还包括如下的阶段 iv): 优选通过从沸水中重结晶而纯化在步骤 ii) 或 iii) 结束时获得的粗  $\omega$ -氨基链烷酸。

14. 根据权利要求 12 或 13 所述的工艺, 所述工艺还包括如下的阶段 v): 回收在阶段 ii)、iii) 和/或 iv) 中获得的各种滤液和含水洗涤液中的残余  $\omega$ -氨基链烷酸, 特别地藉由使氨脱气、液-液萃取、结晶、过滤和洗涤。

15. 根据权利要求 1 至 14 中任一项所述的工艺, 所述工艺还包括如下的阶段 vi): 干燥所获得的  $\omega$ -氨基链烷酸。

## 溴代链烷酸的氨解方法

### 技术领域

[0001] 本专利申请涉及用于使 $\omega$ -溴代链烷酸氨解以便制备用作聚酰胺单体的相应 $\omega$ -氨基链烷酸的工艺。

### 背景技术

[0002] 使用氨使式 $\text{Br}-(\text{CH}_2)_n-\text{COOH}$  ( $n=9-11$ ) 的 $\omega$ -溴代链烷酸氨解而得到 $\omega$ -氨基链烷酸 $\text{NH}_2-(\text{CH}_2)_n-\text{CO}_2\text{H}$ 的工艺是已知的。

[0003] 因此,文献FR 988 699描述了10-溴癸酸与25%氨水溶液在15°C下反应6天以形成10-氨基癸酸,产率为77%。该工艺展现反应时间非常长的缺点。

[0004] 升高温度使得可使反应加速,但是促进副反应。

[0005] 因此,在文献FR 928 265中,报道了在封闭容器中并因此在自生压力下11-溴十一烷酸与25%氨水溶液在60°C下进行10小时的反应。该反应的产率为53%,因此非常低。

[0006] 这是因为,当进行氨解时,式 $\text{HO}_2\text{C}-(\text{CH}_2)_n-\text{NH}-(\text{CH}_2)_n-\text{CO}_2\text{H}$ 的仲胺特别地以或多或少的大量而共同产生。这种杂质在使用 $\omega$ -氨基链烷酸制造聚酰胺时是麻烦的,因为它引起链的支化。由于这种仲胺降低了产率并且难以与所需的伯胺分离,因此需要使其形成最小化。

[0007] 专利申请CN 103804209 B在实施例3中描述了在存在溶剂和相转移催化剂的情况下,在0.1至0.15MPa的压力下,用无水氨使11-溴十一烷酸氨解。该工艺使得可将反应时间减少到小于24小时,但在非常稀的介质中操作,并因此需要大型工业装置,并且表现出84.3%的仍然相当中等(modest)的产率。

[0008] 专利申请EP 2 358 662 B1提出通过以升高的温度曲线进行反应来减少11-溴十一烷酸的氨解的反应时间以及二次反应,反应介质通过在15-25°C的初始温度和26-40°C的最终温度之间的规则静态阶段(stationary phase)而经受温度升高。

[0009] 仍然在寻找这样的技术方案,该技术解决方案使得可最小化仲胺的产生,而同时控制装置尺寸。

### 发明内容

[0010] 本发明的目的是提供上述问题中的一个或多个的解决方案。

[0011] 这是因为本发明基于如下的预料之外的观察结果:氨水溶液的滴度增加到高于35重量%,结合压力增加到高于大气压,使得可在控制产生的仲胺的量的同时使反应加速,并从而增大产率。

[0012] 因此,根据第一方面,本发明的主题是通过使相应的溴代链烷酸与氨反应而制备式 $\text{NH}_2-(\text{CH}_2)_n-\text{COOH}$ 的 $\omega$ -氨基链烷酸的工艺,其中 $n$ 是9至11的整数,该工艺包括以下阶段:

[0013] i) 使 $\omega$ -溴代链烷酸与过量氨水溶液反应,

[0014] ii) 从反应混合物中分离形成的 $\omega$ -氨基链烷酸,

[0015] 其特征在于,所述氨水溶液表现出35重量%至70重量%的浓度,并且阶段i) 在大

于大气压、0.11至2.0MPa绝对压力的压力下进行。

[0016] 优选地,阶段i)在0和60°C之间的温度下进行。它可在恒定温度下或在升高的温度下进行。当其在升高的温度下进行,阶段i)可有利地以范围为0至25°C的初始温度和范围为26至60°C的最终温度进行。

[0017] 优选地,氨水溶液表现出36重量%至60重量%、优选38重量%至45重量%的浓度。

[0018] 有利地,在阶段i)开始时 $\omega$ -溴代链烷酸对氨水溶液的重量比为1:3至1:20。

[0019] 根据本发明的工艺的阶段i)可特别地在0.125至0.5MPa绝对压力,或在0.13至0.3MPa绝对压力的压力下进行。

[0020] 本发明的工艺可以连续或分批方式进行。

[0021] 有利地,根据本发明的工艺另外包括如下的阶段iii):洗涤和排出在阶段ii)结束时获得的 $\omega$ -氨基链烷酸。

[0022] 根据本发明的工艺还可另外包括如下的步骤iv):纯化在步骤ii)或iii)结束时获得的粗 $\omega$ -氨基链烷酸,优选藉由从沸水中重结晶。

[0023] 此外,根据本发明的工艺还可包括如下的阶段v):回收在阶段ii)、iii)和/或iv)中获得的各种滤液和含水洗涤液中的残余 $\omega$ -氨基链烷酸,特别地藉由使氨脱气、液-液萃取、结晶、过滤和洗涤。

[0024] 最后,本发明的工艺可另外包括如下的阶段vi):干燥所获得的 $\omega$ -氨基链烷酸。

### 具体实施方式

[0025] 在整个本公开内容中,除非另有说明,否则百分比理解为相对于所考虑的组合物的重量百分比。

[0026] 此外,除非另有说明,否则本公开内容中给出的压力值被理解为绝对压力值,也就是说参比于绝对真空。

[0027] 术语“氨水溶液(aqueous ammonia solution)”理解为意指 $\text{NH}_3$ 在水中的溶液。其氨含量表示为相对于溶液的重量( $\text{NH}_3$ 和水)计的 $\text{NH}_3$ 重量。

[0028] 因此,根据本发明,通过使相应的 $\omega$ -溴代链烷酸与氨反应而制备式 $\text{NH}_2-(\text{CH}_2)_n-\text{COOH}$ (其中n是9至11的整数)的 $\omega$ -氨基链烷酸的工艺包括以下阶段:

[0029] i)使 $\omega$ -溴代链烷酸与过量氨水溶液反应,

[0030] ii)从反应混合物中分离形成的 $\omega$ -氨基链烷酸,

[0031] 其特征在于,所述氨水溶液表现出35重量%至70重量%的浓度,并且阶段i)在大于大气压、0.11至2.0MPa绝对压力的压力下进行。 $\omega$ -溴代链烷酸可为10-溴癸酸、11-溴十一烷酸或12-溴十二烷酸。

[0032] 这些 $\omega$ -溴代链烷酸可特别地通过相应的不饱和酸(即9-癸烯酸、10-十一碳烯酸或11-十二碳烯酸)的均溴化反应(homobromination reaction)获得。这些化合物可商购获得。此外,可根据W0 2018/080869中描述的工艺而由基于油酸类物质的(oleic-based)植物油获得9-癸烯酸。10-十一碳烯酸可根据FR 928 265由蓖麻油获得。

[0033]  $\omega$ -溴代链烷酸的名称用于表示呈或多或少纯化形式的所述化合物,因此包括其可能的杂质。市售 $\omega$ -溴代链烷酸通常具有大于98%的纯度。然而,根据一个实施方式,所用 $\omega$ -溴代链烷酸的纯度也可以在90%和98%之间,优选在93%和96%之间。 $\omega$ -溴代链烷酸

可特别含有式 $\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{Br-(CH}_2)_n\text{-2-CO}_2\text{H}$ 的溴代链烷酸作为杂质。

[0034] 本发明的工艺首先包括阶段i), 其中将 $\omega$ -溴代链烷酸与过量氨水溶液混合, 然后使其反应。

[0035]  $\omega$ -溴代链烷酸可以固体形式或以液体形式添加, 特别是以熔融状态添加。固体形式可为粉末、颗粒或薄片。有利地,  $\omega$ -溴代链烷酸以熔融状态使用, 优选在其熔点以上5至60°C、优选10至40°C、特别是15至30°C的温度下使用。

[0036] 根据本发明, 所使用的氨水溶液含有35重量%至70重量%的氨。优选地, 其含有36重量%至60重量%, 更优选38重量%至45重量%的氨。根据一个实施方式, 氨水溶液的氨含量可为35重量%至40重量%、或40重量%至45重量%、或45重量%至50重量%、或50重量%至55重量%、或55重量%至60重量%、或60重量%至65重量%、或者还可为65重量%至70重量%。

[0037] 有利地, 该氨水溶液的一部分源自在本工艺的出口处回收反应介质中存在的过量氨和铵。

[0038] 有利地, 引入反应器中的氨水溶液表现出不大于25°C的温度。优选地, 将其冷却至-20°C至20°C的温度、优选地-10°C至10°C的温度。

[0039]  $\omega$ -溴代链烷酸与阶段i) 中引入的氨水溶液的重量比使得氨以化学计量过量存在。这种过量并非仅促进反应, 而且使得可分散或稀释 $\omega$ -溴代链烷酸和形成的产物。通常, 其为1:20至1:3, 优选1:10至1:4, 优选1:8至1:4。术语“重量比”在此表示在间歇工艺的情况下使用的反应物的重量比和在连续工艺的情况下反应物的流速重量比。

[0040] 本发明的工艺进一步包括如下的阶段ii): 其中从反应混合物中分离形成的 $\omega$ -溴代链烷酸。

[0041] 反应混合物通常是非均相的。它可特别地包括气相、一个或多个液相和/或一个或多个固相。

[0042] 本发明的工艺可连续或分批进行。

[0043] 当该工艺连续进行时, 反应物的混合可以在配备有搅拌器的罐中进行。在替代形式中, 它也可在外部混合装置中进行, 例如静态混合器、文丘里装置或将 $\omega$ -溴代链烷酸注入其中的再循环回路。

[0044] 该工艺的阶段i) 可以在相同装置中进行。根据一个实施方式, 阶段i) 可在一个或多个搅拌罐中进行。根据优选实施方式, 阶段i) 在串联连接的2至25个反应器的组中进行, 其中使用泵或通过重力流动而将反应混合物从一个反应器输送到另一个反应器。每个反应器均可由设置有搅拌的罐组成。该搅拌可通过反应器内的搅拌模块或通过外部再循环而产生。

[0045] 优选地, 阶段i) 在0至60°C的温度下进行。根据一个实施方式, 该温度可为0至5°C、或5至10°C、或10至15°C、或15至20°C、或20至25°C、或25至30°C、或30至35°C、或35至40°C、或40至45°C、或45至50°C、或50至55°C、或55至60°C。

[0046] 反应器的温度可有利地通过如下控制: 在反应器夹套中或者反应器中或反应器外部的热交换器中的传热流体循环, 或者将热流体(特别是水或蒸汽)注入到一个或多个反应器中。

[0047] 还可通过蒸发一部分氨来控制温度, 以便冷却反应介质, 如后文更详细地解释的。

[0048] 当该工艺在一组反应器中进行时,如上文所解释,第一反应器中的温度优选为0至25℃,并且在最终反应器中的温度为26至60℃,并且温度逐反应器升高。在这种情况下,有利的是提供对每个反应器中的温度的单独控制。有利地,可冷却(一个或多个)第一反应器并且可加热(一个或多个)最终反应器。

[0049] 阶段i)的总停留时间(计算为反应器中液相体积总和对反应物流速总和的比率)通常为20至100小时,且优选为40至80小时。

[0050] 根据第二替代实施方式,所述工艺的阶段i)在反应器中分批进行,该反应器可为配备有搅拌装置(means,手段)的罐。根据一个实施方式,反应物在反应器外混合,然后作为混合物引入到反应器中。根据另一实施方式,首先将氨溶液引入反应器中,并随后添加 $\omega$ -溴代链烷酸。

[0051]  $\omega$ -溴代链烷酸在氨水溶液中的混合可在设置有搅拌器的罐中进行。在替代形式中,混合可通过如下进行:反应器外部的混合装置,例如静态混合器;或者文丘里装置,文丘里装置使得可在将两个反应物物流注入到反应器中之前在线混合所述两个反应物物流;或者反应器外部的再循环回路,向该反应器注入 $\omega$ -溴代链烷酸。

[0052] 在混合反应物之后,阶段i)在于使反应介质搅拌足够的时间段,通常20至100小时,且优选40至80小时。

[0053] 根据一个实施方式,阶段i)的反应以等温方式进行,换言之,在整个反应期间将温度调节在同一值。

[0054] 在这种情况下,阶段i)在0至60℃的温度下进行。根据一个实施方式,温度可为0至5℃、或5至10℃、或10至15℃、或15至20℃、或20至25℃、或25至30℃、或30至35℃、或35至40℃、或40至45℃、或45至50℃、或50至55℃、或55至60℃。

[0055] 根据另一实施方式,反应以升高的温度模式进行。在可设想的不同热曲线(thermal profile)中,已经证明在升高的温度下提供静态阶段是有利的,特别是范围为0至25℃的初始温度最高至26至60℃的最终温度。

[0056] 根据一个替代实施方式,阶段i)在独立地保持在可变温度下的并联的反应器R1, R2, …Rn的电池中进行,  $2 \leq n \leq 25$ 。每个反应器均具有可用于在给定时间段内升高温度的程序,该时间段取决于所选择的温度。在每个反应器中,程序的初始温度优先在0和25℃之间,且最终温度为26至60℃。为了在反应器的电池的入口和出口处保持进料和取出恒定、规则和连续,每个反应器根据充电/反应/排空循环操作,其中以时间表示的偏移(offset)等于反应时间除以反应器数量(n)。

[0057] 在所有替代形式中,在阶段i)期间,在顶部点(通常在气体顶部空间中)测量的反应器中的压力保持高于大气压。这是因为这使得可在液体反应相中保持高浓度的氨,这改善了高的对伯胺的选择性。因此,可限制杂质的产生,特别是仲胺,事实上甚至叔胺的产生。尽管如此,为了限制反应器的成本,优选限制压力。

[0058] 因此,(一个或多个)反应器中的压力为0.11至2.0MPa绝对压力,且优选0.125至0.5MPa绝对压力,优选0.13至0.3MPa绝对压力。根据一个实施方式,压力可为0.11至0.15MPa绝对压力,或0.15至0.2MPa绝对压力,或0.2至0.25MPa绝对压力,或0.25至0.3MPa绝对压力,或0.3至0.35MPa绝对压力,或0.35至0.4MPa绝对压力,或0.4至0.45MPa绝对压力,或0.45至0.5MPa绝对压力,或0.5至0.55MPa绝对压力,或0.55至0.6MPa绝对压力,或0.6

至0.65MPa绝对压力,或0.65至0.7MPa绝对压力,或0.7至0.75MPa绝对压力,或0.75至0.8MPa绝对压力,或0.8至0.85MPa绝对压力,或0.85至0.9MPa绝对压力,或0.9至0.95MPa绝对压力,或0.95至1.0MPa绝对压力,或1.0至1.05MPa绝对压力,或1.05至1.1MPa绝对压力,或1.10至1.15MPa绝对压力,或1.15至1.2MPa绝对压力,或1.2至1.25MPa绝对压力,或1.25至1.3MPa绝对压力,或1.3至1.35MPa绝对压力,或1.35至1.4MPa绝对压力,或1.4至1.45MPa绝对压力,或1.45至1.5MPa绝对压力、或1.5至1.55MPa绝对压力、或1.55至1.6MPa绝对压力、或1.6至1.65MPa绝对压力、或1.65至1.7MPa绝对压力、或1.7至1.75MPa绝对压力、或1.75至1.8MPa绝对压力、或1.8至1.85MPa绝对压力、或1.85至1.9MPa绝对压力、或1.9至1.95MPa绝对压力、或1.95至2.0MPa绝对压力。

[0059] 当阶段i)在几个反应器中进行时,可连接反应器的排气口(vent),使得它们在几乎相同的压力下操作。根据另一实施方式,将反应器置于不同压力下可为有利的。因此,当温度以逐反应器增加的方式进行时,如上文所解释,反应器中的压力也可逐反应器增加。根据一个实施方式,反应器中占主导的压力是自生压力(autogenous pressure),其主要由与反应混合物的组成及其温度相关的氨的蒸气压施加。

[0060] 根据一个实施方式,可蒸发一部分氨以保持反应介质的温度。因此,当连续操作时,可通过这种方式冷却第一反应器。当分批操作时,可在反应开始时通过这种方式冷却反应器。可调节氨蒸发的流速,并且在这种情况下处理压力,或者施加略低于液-气平衡的压力并处理氨的蒸发。有利地,注入的氨的0.1%至50%、优选10%至30%在阶段i)期间蒸发。本领域技术人员知晓如何调节要从反应介质中蒸发的氨的量,以便在反应期间保持温度分布(profile,曲线)。这种操作模式使得可限制或避免昂贵的热交换装置,而同时提供使最佳产率成为可能的温度分布。

[0061] 因此,本发明的工艺使得可大大限制所形成的仲胺的量,并因此提高反应的产率。

[0062] 根据本发明,该工艺另外包含如下的阶段ii):在阶段i)结束时从反应混合物中分离 $\omega$ -氨基链烷酸。

[0063] 在阶段i)结束时形成的 $\omega$ -氨基链烷酸可以自身常规的方式从反应混合物中分离,例如通过以下阶段。

[0064] 可将由阶段i)得到的反应混合物在水中稀释并加热至沸腾。将放出的氨在水中洗涤以形成氨水溶液,其可再循环到本工艺的阶段i)。随后可将贫氨的反应混合物与通过在热条件下沉降分离形成的可能的油层分离,然后冷却以通过结晶和固液分离来分离 $\omega$ -氨基链烷酸。

[0065] 进一步,可例如用氢氧化钠处理从固液分离中收取的富含溴化铵的滤液,以重整氨,将其蒸发,然后在水中洗涤,并获得氨水溶液。

[0066]  $\omega$ -氨基链烷酸还可通过汽提阶段从阶段i)结束时获得的反应混合物中分离,以移去氨,将其在水中洗涤出来,然后固-液分离,例如在过滤器(图像处理)上过滤或排出。收取的母液可经受液-液萃取、结晶和/或过滤,以形成富含铵溴化物并贫 $\omega$ -氨基链烷酸的水溶液。该富含溴化铵的水溶液可用氢氧化钠处理以重整氨,将其蒸发,然后在水中洗涤以形成氨水溶液。

[0067] 本发明的工艺还可包含另外的阶段iii),其中使在阶段ii)中获得的 $\omega$ -氨基链烷酸经受洗涤和排出。洗涤尤其可用水进行。

[0068] 本发明的工艺还可另外包括如下的步骤iv):纯化在步骤ii)或iii)结束时获得的粗 $\omega$ -氨基链烷酸。

[0069] 该纯化阶段可以特别地包含以下操作中的一个或多个:在适当的溶剂(例如水或者碱性或酸性水溶液,例如水和羧酸的混合物)中重结晶,过滤,洗涤和排出。优选地,获得的粗 $\omega$ -氨基链烷酸通过从非常热的水中重结晶来纯化。

[0070] 因此,本发明的工艺可以另外包括如下的阶段v):回收在阶段ii)、iii)和/或iv)中获得的各种滤液和含水洗涤液中的残余 $\omega$ -氨基链烷酸,特别是通过使氨脱气、液-液萃取、结晶、过滤和洗涤。

[0071] 最后,本发明的工艺还可包含如下的阶段vi):干燥所得 $\omega$ -氨基链烷酸。

[0072] 有利地,根据本发明的工艺使得可获得这样的 $\omega$ -氨基链烷酸,其中在阶段i)结束时并因此在纯化之前, $\omega$ -氨基二链烷酸的含量小于1.8重量%,优选小于1.5重量%,相对于 $\omega$ -氨基链烷酸的含量计。

[0073] 进一步,根据本发明的工艺有利地使得 $\omega$ -溴代链烷酸在氨解阶段i)的持续时间内,在小于75小时的反应时间内完全转化成为可能。

[0074] 将在以下实施例中更详细地解释本发明。

[0075] [实施例]

[0076] 实施例1

[0077] 在1升高压釜中放置冷却至0°C的660g 40重量%氨水溶液,该高压釜配备有具有两个拥有五个叶片的涡轮机(turbine)的机械搅拌器、以400rpm旋转的Rushton型涡轮机、以及使得可使传热流体循环的盘管、以及设定在0.15MPa绝对压力的排放阀(discharge valve),然后关闭反应器。在90°C下快速滴加110g熔融11-溴十一烷酸(纯度98%),然后借助于在盘管中循环的传热流体将反应介质的温度调节至22°C。压力非常快速地调节至0.15MPa绝对压力,并在整个反应期间保持在该值。在12小时30分钟后,增加反应介质的温度,以便分别在24°C、26°C、28°C、30°C和32°C下连续进行12小时30分钟的静态阶段。随后打开反应器的排气口以使反应器达到大气压。

[0078] 然后分析反应介质。通过使用银电极用硝酸银定量测定溴离子,发现所有11-溴十一烷酸均已反应。通过具有外部校准的HPLC定量测定,测得1.3重量%的11-氨基二十一烷酸,相对于11-氨基十一烷酸计。

[0079] 实施例2(对比例)

[0080] 重复实施例1,但在整个实验期间在大气压下操作,并且同时控制熔融11-溴十一烷酸的添加速率以使介质不以不可控方式发泡。

[0081] 反应介质的分析表明,所有11-溴十一烷酸均已反应。测得1.9重量%的11-氨基二十一烷酸,相对于11-氨基十一烷酸计。

[0082] 实施例3(对比例)

[0083] 重复实施例1,但在整个实验期间在大气压下操作,同时使用660g 32重量%氨水溶液。

[0084] 反应介质的分析表明所有11-溴十一烷酸均已反应。测得2.0重量%的11-氨基二十一烷酸,相对于11-氨基十一烷酸计。

[0085] [所引用文献清单]

- [0086] FR 988 699
- [0087] WO 2018/080869 A1
- [0088] FR 928 265
- [0089] CN 103804209 B
- [0090] EP 2 358 662 B1