

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl<sup>7</sup>

C07C 67/54



# [12] 发明专利说明书

C07C 69/716 C07C 67/347

C07D223/12 C07C227/08

[21] ZL 专利号 00806067.3

[45] 授权公告日 2004 年 8 月 18 日

[11] 授权公告号 CN 1162391C

[22] 申请日 2000.2.3 [21] 申请号 00806067.3

[30] 优先权

[32] 1999. 2. 17 [33] EP [31] 99200457.2

[86] 国际申请 PCT/NL2000/000067 2000. 2. 3

[87] 国际公布 WO2000/048984 英 2000. 8. 24

[85] 进入国家阶段日期 2001. 10. 9

[71] 专利权人 DSM 有限公司

地址 荷兰海尔伦

共同专利权人 纳幕尔杜邦公司

[72] 发明人 O·J·格林 P·C·波曼

审查员 韩 平

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

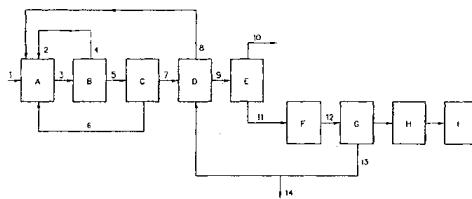
代理人 张元忠 钟守期

权利要求书 2 页 说明书 9 页 附图 1 页

[54] 发明名称 5 - 甲酰戊酸直链烷基酯的分离方法

[57] 摘要

本发明涉及一种用真空蒸馏从含有 5 - 甲酰戊酸酯化合物和 2 - , 3 - 和/或 4 - 甲酰戊酸酯化合物的粗产品混合物中分离出直链 5 - 甲酰戊酸化合物的方法, 其中蒸馏是在酚类化合物存在下进行的, 在 0.1 - 100kPa 的压力下, 该酚类化合物的沸点比 5 - 甲酰戊酸酯的沸点至少高出 10℃。



ISSN 1008-4274

## 权 利 要 求 书

1. 一种用真空蒸馏从含有 5-甲酰戊酸酯化合物和 2-, 3-和/或 4-甲酰戊酸酯化合物的粗产品混合物中分离出 5-甲酰戊酸直链酯化合物的方法, 其特征在于所述蒸馏是在酚类化合物存在下进行, 在 0.1-100kPa 压力下该酚类化合物的沸点比 5-甲酰戊酸酯的沸点至少高出 10℃。

2. 权利要求 1 的方法, 其特征在于所述酚类化合物的沸点在 0.1-100kPa 的压力下比 5-甲酰戊酸酯的沸点至少高出 20℃。

3. 权利要求 1-2 中任一项的方法, 其特征在于所述酚类化合物从蒸馏柱的顶部进料。

4. 权利要求 1-3 中任一项的方法, 其特征在于 5-甲酰戊酸酯化合物和 2-, 3-和/或 4-甲酰戊酸酯化合物的粗产品混合物含有 0.01-0.2wt.% 的酚类化合物。

5. 权利要求 4 的方法, 其特征在于所述粗产品混合物含有 0.05-0.15wt.% 的酚类化合物。

6. 一种  $\epsilon$ -己内酰胺的连续制备方法, 其特征在于进行如下步骤:

(a) 在羰基化催化剂存在下将 3-戊烯酸酯化合物羰基化, 形成含有直链和支链甲酰戊酸酯化合物以及未转化的戊烯酸酯化合物的粗产物混合物,

(b) 从步骤(a)中获得粗品混合物中分离催化剂, 并将该催化剂再循环到步骤(a)中,

(c) 从未转化的戊烯酸酯化合物中分离直链和支链甲酰戊酸酯化合物,

(d) 用权利要求 1-5 任一项的方法, 从步骤(c)获得的直链和支链甲酰戊酸酯的粗产品混合物中分离 5-甲酰戊酸直链酯,

(e) 在 0.1-100kPa 的压力, 50-200℃的温度下, 通过真空蒸馏从步骤(a)获得的 5-甲酰戊酸直链酯化合物中分离酚类化合物, 得到含直链醛的馏分和含酚类化合物的馏分,

(f) 再利用从步骤(e)和步骤(d)中获得的酚类化合物,

(g) 还原胺化步骤(e)中获得的 5-甲酰戊酸直链酯化合物或其衍生物, 得到含氨基中间体化合物和  $\epsilon$ -己内酰胺的混合物,

(h) 在高温下, 环化从步骤(g)获得的氨基中间体混合物或其衍生物形成  $\epsilon$ -己内酰胺, 以及  $\epsilon$ -己内酰胺的分离。



## 说明书

## 5-甲酰戊酸直链烷基酯的分离方法

5 本发明涉及到的分离方法是用真空蒸馏从包含有 5-甲酰戊酸酯和 2-, 3-和/或 4-甲酰戊酸酯的粗产品混合物中分离出 5-甲酰戊酸直链烷基酯的方法。

该方法在 WO-A-9706126 中描述过。这份专利申请介绍了一种在低压下, 蒸馏单元的底部温度不到 150°C 的蒸馏分离方法。根据该出版物, 在蒸馏期间, 一定数量的氧气存在是允许的。

10 这种方法的一个缺点是 5-甲酰戊酸酯化合物的最终产率有所降低。这是因为一定数量的甲酰戊酸酯化合物转化成相应的氧化物, 进而引发生成了其他不需要的化合物, 如羟醛缩合物。

15 该方法的另一个缺点是, 由于氧气的存在, 那些已经得到的 5-甲酰戊酸酯不太适合作  $\epsilon$ -己内酰胺的中间体。我们发现, 在 5-甲酰戊酸产品中氧化物的存在是根本不可接受的, 这是因为氧化物将对  $\epsilon$ -己内酰胺的质量产生负面的影响。而且氧化物或它们的衍生物是很难从  $\epsilon$ -己内酰胺中移除。

本发明的目的是在 5-甲酰戊酸酯产品中把氧化物的生成降低到最小。

20 这个目的在一种酚类化合物存在条件下用蒸馏的方法得以实现, 而这种酚在 0.1—100kPa 的压力下比 5-甲酰戊酸酯的沸点至少高出 10°C。

25 根据本发明的方法, 我们发现与该领域现有技术相比, 5-甲酰戊酸酯产品中的氧化物如戊酸酯和/或己二酸单酯化合物的数量得到很大程度的降低。这样得到的 5-甲酰戊酸酯能够有利于用于制备  $\epsilon$ -己内酰胺, 这样得到的 5-甲酰戊酸酯也可以很有利于作为制备其他化合物, 如脂肪酸和  $\epsilon$ -己内酯的起始物。另一个优点是, 这种酚类化合物保留在 5-甲酰戊酸蒸馏产品中, 可以在蒸馏结束后还原氧化物。依据本发明的方法, 这种酚类化合物用蒸馏的方式与 5-甲酰戊酸酯很容易分离, 分离的酚类化合物有利于例如在本发明的方法中再利用。

30 在 5-甲酰戊酸酯和 2-, 3-和/或 4-甲酰戊酸酯的混合物蒸馏期间, 由于氧气的存在对 5-甲酰戊酸酯收率的不利影响是不可预料的。

这个事实在先前提及的 WO-A-9706126 中没有提到。

EP-A-590613 描述一种制备直链和支链醛混合物的方法，该方法是在铈/二配体亚磷酸盐络合物催化剂系统和芳香酚类化合物存在下，对不饱和的链烯化合物羰基化实现的，其中是通过蒸馏的方法使  
5 催化剂系统从醛粗产品中分离出来的。在这个分离期间，酚类化合物也从醛的粗产品中分离出来。

众所周知，这些可以用于本发明的酚类化合物，是很容易从工业上获得。任何在 0.1—100kPa 的压力下比 5-甲酰戊酸酯的沸点至少高出 10℃ 的酚类化合物都可以在本发明的方法中使用。优选比 5-甲酰  
10 戊酸酯的沸点至少高出 20℃ 的酚类化合物。

合适的酚类化合物例子有 4-羟基苯酚(氢醌)，3-羟基苯酚(间苯二酚)，1, 2, 3-三羟基苯(焦棓酚)，2, 6-二叔丁基-4-甲基苯酚，6-叔丁基-2, 4-二甲基苯酚，2, 4-二甲基-6-(四甲基丁基)苯酚，2, 4-二异戊基苯酚，4, 4'-硫二酚，市购的 Irganox-1076, Irganox-1330,  
15 Irganox-1010, Irganox-1098, Irganox-1035, Ultrinox 210 和 Ultrinox 276。

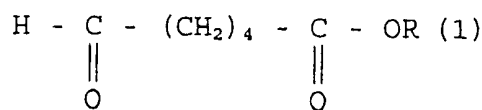
优选的酚类化合物例子是市购的 Irganox 化合物。

本发明方法是在包括一个或多个蒸馏柱的真空蒸馏单元中进行。真空蒸馏单元的蒸馏柱超过一根的情况下，则粗产品混合物由第一  
20 一根柱里装入。第一根柱的蒸馏残留物顺次填进第二根柱中。第二根蒸馏柱的被蒸馏物(汽化组分)优选再循环进入第一根柱中。真空蒸馏的压力为 0.1—100kPa，优选 0.1—15kPa。真空蒸馏的温度为 30—250℃，优选 30—150℃。

酚类化合物可以和粗产品混合物一起填入(第一)真空蒸馏柱或直接加入到(第一)真空蒸馏柱，它可以填入真空蒸馏柱中的任何点。  
25 这些酚类化合物的优选加入点是直链和支链甲酰戊酸酯粗混合物加入点的上部。更优选酚类化合物的加入点是柱子的顶部。

混合物中酚的数量，优选为足够避免在 5-甲酰戊酸酯蒸汽中存在不需要的副产物的有效数量。具体地说，混合物中酚的数量为 0.01  
30 —0.2 wt. %，优选 0.05—0.15wt. %。

5-甲酰戊酸酯化合物可以用下面的通式代表：



其中 R 优选含有 1-20 个碳原子，更优选的是含有 1-6 个碳原子的有机基团，它可以是烷基、环烷基和芳基或芳烷基。更优选 R 是烷基。  
 5 R 基团的例子包括甲基、乙基、丙基、异丙基、正丁基、叔丁基、异丁基、环己基、苜基和苯基。优选 R 为甲基或乙基。

根据本发明的方法，通过蒸馏，5-甲酰戊酸酯能够从它的支链副产物，2-、3-和/或 4-甲酰戊酸酯中分离出来。这些支链产物能够燃烧或脱羧化生成相应戊烯酸盐或被氧化成酸，如用众所周知的方法氧化  
 10 成己二酸一甲酯。

例如，如 EP-A-295551 中描述的那样，通过本发明获得的 5-甲酰戊酸，能很方便地作为制备己二酸的起始物。己二酸是尼龙-6,6 的前体。

5-甲酰戊酸酯化合物有趣用途的另一个例子是，通过 5-甲酰戊酸  
 15 酯化合物的还原和中间产物随后环化制备  $\epsilon$ -己内酰胺。

如在例如 EP-A-729944 和 EP-A-234295 中描述的那样，一个非常有趣用途的另一个例子是，将 5-甲酰戊酸酯还原胺化成氨基中间体化合物随后环化成  $\epsilon$ -己内酰胺。 $\epsilon$ -己内酰胺是尼龙-6 的前体。还原胺化可以在任何 5-甲酰戊酸酯可溶的合适的溶剂中进行。这些溶剂的例子是水、氨、 $\text{C}_1$ - $\text{C}_6$  链烷醇，例如甲醇、乙醇、丙醇或丁醇、醚例如  
 20 乙醚、甲基叔丁基醚、丙醚或异丙醚。

还原性胺化就是 5-甲酰戊酸酯与摩尔过量氨和氢气反应。还原胺化一般在—组 8-10 金属加氢催化剂如 Ni、Co、Ru、Pt 或 Pd 存在下进行。具体的加氢催化剂的例子是兰尼 (Raney) 镍、兰尼钴和载体  
 25 Ru 催化剂如碳载 Ru 或氧化铝载 Ru。氨的摩尔量要过量 2-50 倍。压力超过常压，优选 0.5-30Mpa。温度通常在 40-150 $^{\circ}\text{C}$ 。催化剂可以例如作成浆状或固定在填充床上。还原胺化例如可以在管式反应器或在连续搅拌釜反应器中进行。

环化作用在还原胺化后的分离步骤中进行。优选还原氨化用的催

化剂不出现在环化步骤中。该环化步骤中温度通常为 150—370℃，优选 260℃ 以上。环化作用可以例如在管式反应器或连续搅拌釜反应器中进行。在 6-氨基己酸酯环化成  $\epsilon$ -己内酰胺后， $\epsilon$ -己内酰胺通过例如结晶或优选蒸馏或萃取被分离出来。

5 在 WO-A-9706126 中的方法描述的那些经过氧化生成的不需要的副产物的例子，是戊酸酯化合物和己二酸单酯化合物。在上面提到的还原胺化作用中，这些化合物转化成酰胺化合物和/或亚胺化合物(所谓的挥发性碱化合物)。这些挥发性碱化合物是没有宜处的，因为他们在  $\epsilon$ -己内酰胺聚合成尼龙-6 时成为链终止剂。

10 根据本发明方法，从直链和支链甲酰戊酸酯化合物分离出来的 5-甲酰戊酸直链酯化合物进入还原胺化反应段之前，优选将酚类化合物通过蒸馏的方法从 5-甲酰戊酸直链酯化合物中分离出来。这样分离的酚类化合物随后就可以优选地重新使用在本发明的方法中。然而，其他的分离技术如萃取和结晶也是可能采用的。

15 包含经过本发明方法处理的直链和支链甲酰戊酸酯化合物的粗产品混合物能够用各种各样的现已知道的方法获得。对于本发明，并不苛求粗产品混合物是如何获得的。

例如，包含直链和支链甲酰戊酸酯化合物的粗产品混合物能够通过 5-甲酰戊酸和 3-和/或 4-甲酰戊酸混合物与链烷醇酯化作用获得。5-甲酰戊酸和 3-和/或 4-甲酰戊酸混合物是用 EP-A-742788 所描述的方法获得的。因为，从直链和支链甲酰戊酸化合物混合物中分离出直链 5-甲酰戊酸，一般来说，比从直链和支链甲酰戊酸酯化合物混合物中分离出 5-甲酰戊酸直链酯更加困难，所以直链和支链甲酰戊酸混合物有利于首先与链烷醇酯化而随后在本发明中使用。

25 直链和支链甲酰戊酸酯化合物的粗产品混合物也可以通过 3-戊烯酸酯化合物、2-戊烯酸酯化合物和/或 4-戊烯酸酯化合物羧基化作用而获得。这种方法的可能例子在前面提及的 WO-A-9706126 中介绍。

30 优选羧基化作用使用如例如 WO-A-9706126 所述的均相铈/二配体亚磷酸盐络合物来进行，因为这样可以获得对所需 5-甲酰戊酸酯的高选择性。另外，那些公开的多相羧基化催化剂系统也被使用。

因此本发明也关于一种  $\epsilon$ -己内酰胺的连续制备方法，其中进行了

以下的步骤:

(a) 在羰基化催化剂存在下对 3-戊烯酸酯化合物进行羰基化作用, 产生的粗产品混合物包括直链和支链甲酰戊酸酯化合物以及未转化的戊烯酸酯化合物,

5 (b) 从步骤(a)中获得的粗产品混合物中分离出催化剂和在步骤(a)在循环使用该催化剂,

(c) 从未转化的戊烯酸酯化合物中分离出直链和支链甲酰戊酸酯化合物,

10 (d) 根据本发明的方法从步骤(c)中获得的直链和支链甲酰戊酸酯化合物的混合物中分离出 5-甲酰戊酸直链酯,

(e) 在温度 200℃, 压力 0.1-100kPa 下, 通过真空蒸馏把酚类化合物从步骤(a)获得的 5-甲酰戊酸直链酯化合物中分离出来, 结果获得含直链醛的馏分和含酚类化合物的馏分,

(f) 在步骤(e)和(d)中获得的酚类化合物的再利用,

15 (g) 从步骤(e)中获得的 5-甲酰戊酸直链酯化合物(或其衍生物)还原胺化成含氨基中间体化合物和  $\epsilon$ -己内酰胺的混合物。

(h) 从步骤(g)中获得的氨基中间体化合物的混合物(或其衍生物)在高温下环化成  $\epsilon$ -己内酰胺和  $\epsilon$ -己内酰胺的分离。

20 步骤(a)中的 3-戊烯酸酯化合物也可以以含 2-和/或 4-戊烯酸酯化合物的混合物存在。

在步骤(e)中从 5-甲酰戊酸直链酯中分离出酚类化合物后, 优选将含酚类化合物的馏分中一部分进行净化而其余的回到步骤(d)再循环利用。

25 本发明的一个优选实施方案在步骤(c)中, 在酚类化合物存在下通过真空蒸馏方法从未转化的戊烯酸酯化合物中分离出直链和支链甲酰戊酸酯化合物的方法。已发现, 在 5-甲酰戊酸酯产物中不需要的副产物的数量大为减少。在本发明的这个优选实施方案中, 在步骤(e)中从 5-甲酰戊酸直链酯中分离出酚类化合物后, 这些酚类化合物优选回到分离步骤(c)中再循环利用。因此优选, 在以戊烯酸酯化合物起始制备  $\epsilon$ -己内酰胺的连续方法中, 在酚类化合物存在下通过  
30 真空蒸馏方法从未反应的戊烯酸酯中分离出直链和支链甲酰戊酸酯化合物, 并且从 5-甲酰戊酸酯产品中分离出酚类化合物后, 酚类化合

物可在从未反应的戊烯酸酯中分离出直链和支链甲酰戊酸酯化合物中再使用。

在本发明的这个实施方案中，酚类化合物存在于直链和支链甲酰戊酸酯化合物和未转化的戊烯酸酯的混合物中，它进入分离步骤 (c) 5 中或直接加到进行分离步骤 (c) 的蒸馏装置单元中。酚类化合物能够从蒸馏柱的任何点进料。但优选将酚类化合物在直链和支链甲酰戊酸酯化合物和未反应的戊烯酸酯化合物的粗产品混合物填加点上面向柱子进料。更优选地，酚类化合物从柱子的顶部进料。

图 1 是 3-戊烯酸烷基酯化合物分几步转化成  $\epsilon$ -己内酰胺的方法示意图，其中包含羰基化作用段 (A, B, C 和 D)，依据本发明的真空蒸馏段 (E) 和  $\epsilon$ -己内酰胺终结段 (H 和 I)。图 1 仅仅是举例说明性的，并不意味着本发明仅限这种整个工艺。

在图 1 中，3-戊烯酸烷基酯化合物经物流 (1) 填加到反应器 (A)，在反应器 A 中存在羰基化作用催化剂系统。CO 和 H<sub>2</sub> 的混合气体经物流 (2) 填加到反应器 (A)。包括 5-甲酰戊酸烷基酯、3-甲酰戊酸烷基酯、4-甲酰戊酸烷基酯、2-甲酰戊酸烷基酯、低沸点副产物 (如戊酸烷基酯、2-戊烯酸烷基酯和 4-戊烯酸烷基酯)、任何未转化的 3-戊烯酸烷基酯、催化剂系统、CO 和 H<sub>2</sub> 的反应器 (A) 的流出物经物流 (3) 填加到闪蒸塔 (B)。在闪蒸塔 (B) 中压力降到例如大气压力，CO 和 H<sub>2</sub> 从反应混合物经物流 (4) 被分离出来又再循环进入反应器 (A)。所得液体混合物经生成液流 (5) 被填加到分离步骤 (C)，在分离步骤 (C) 中催化剂系统从液体混合物中分离出来，优选采用真空蒸馏。催化剂系统经物流 (6) 再循环进入反应器 (A)。所得液体混合物经物流 (7) 被填加到分离步骤 (D)，在分离步骤 (D) 中，5-甲酰戊酸烷基酯化合物和它的支链异构体，2-、3-和 4-甲酰戊酸烷基酯化合物，在 0.1—100kPa，底温 50—200℃ 下，从未转化的 3-戊烯酸烷基酯化合物和其双键异构体，2-戊烯酸烷基酯和/或 4-戊烯酸烷基酯化合物，优选通过真空蒸馏的方法分离出来。未反应的戊烯酸烷基酯化合物优选经物流 (8) 再循环进入反应器 (A)。在再循环使用这些化合物之前，未转化的戊烯酸烷基酯优选与氧化铝接触，以便除去氢过氧化物。氢过氧化物可能是由于氧气与戊烯酸烷基酯反应生成的。来自分离步骤 (D) 的液体反应混合物经物流 (9) 被填加

到真空蒸馏装置单元(E), 本发明的方法就在这里面进行。含有 2-, 3-和 4-甲酰戊酸支链烷基酯的混合物经物流(10)被填加进燃烧、脱羰基或氧化段。含 5-甲酰戊酸烷基酯产品和酚类化合物的液体混合物在一定时间内可任选储存在储存槽(F)中, 该混合物是经过物流(11) 5 装填进这个储存槽的。来至分离步骤(E)或离开储存槽(F), 含 5-甲酰戊酸烷基酯产品和酚类化合物的混合物在进入还原胺化作用段(H)而随后进入环化作用段(I)之前, 经过物流(12)在 0.1-5kPa 下被装填进真空蒸馏装置单元(G), 在这里酚类化合物从 5-甲酰戊酸烷基酯产品中分离出来。分离出来的酚类化合物经物流(13)再循环进入分离步骤(E)或优选进入分离步骤(D)。优选将含酚类化合物的馏分中一部分净化(物流 14), 其余的再循环进入分离步骤(E)或(D)。

因此, 本发明也关于在酚类化合物存在下通过真空蒸馏把直链和支链甲酰戊酸酯类化合物从戊烯酸酯化合物中分离出来, 其中酚类化合物的沸点在 0.1-100kPa 下要比甲酰戊酸直链酯类化合物的沸点至少高 10℃。

本发明将通过下面的实施例进行说明, 然而所有这些实施例并不能以任何方式限制本发明的范围。下面是将要使用的缩写:

M5FV=5-甲酰戊酸甲酯

20 M2FV=2-甲酰戊酸甲酯

M3FV=3-甲酰戊酸甲酯

M4FV=4-甲酰戊酸甲酯

MFV=甲酰戊酸甲酯类

#### 对比实验 A

25 该实施例是用于测定在典型的 M5FV-蒸馏温度下由于氧气的存在 M5FV 的降解率。

为了模拟典型的蒸馏条件, 250g 高纯 M5FV(组成见表 I)在闪蒸塔中加热到 130℃ 2h, 空气以 1N 升空气/hr. kg M5FV 的速度连续鼓泡通过液体。分解过程是通过一个时间函数监控, 并在一个固定的时间间隔内 30 取样用于气相色谱分析。测得 M5FV 的总降解率为 3.03wt%/hr.

表 I:高纯 M5FV 的组成

成分	wt%
戊酸甲酯	0.00
己二酸一甲酯	0.00
M2FV	0.02
M3FV	0.08
M4FV	1.17
M5FV	98.46
羟醛缩合物	0.06
其他轻组分	0.10
其他重组分	0.11

各种降解产物的生成率列于下表 II:

表 II: 在不加入 Irganox1010 时, M5FV 在氧气存在下的降解

组成成分	wt%/hr
戊酸甲酯	1.42
己二酸一甲酯	0.10
羟醛缩合物	0.02
其他轻组分	0.22
其他重组分	1.27

5

从表 II 可以很清楚地看到有相当数量的典型的氧化产物, 即戊酸甲酯和己二酸一甲酯生成。

#### 实施例 I

这个实施例用于举例说明在典型的 M5FV-蒸馏温度和氧气存在下, 抗氧化剂 Irganox1010 对 M5FV 的稳定效应。

为了模拟典型的蒸馏条件, 在 250g 高纯 M5FV(组成见表 1) 中加入 0.2wt% 的 Irganox1010 并在闪蒸塔中加热到 130℃ 维持 2h. 空气以 1N 升空气/hr.kg M5FV 的速度连续鼓泡通过液体. 分解过程是通过一个时间函数监控, 并在一个固定的时间间隔内取样用于气相色谱分析. 测得 M5FV 的总降解率为 1.98wt%/hr.

15

各种降解产物的生成率列于下表 III:

表 III: Irganox1010 为 0.2wt%时, M5FV 在氧气存在下的降解

组成成分	Wt%/hr
戊酸甲酯	0.65
己二酸一甲酯	0.19
羟醛缩合物	0.02
其他轻组分	0.11
其他重组分	1.01

很清楚, 在 Irganox1010 存在下, M5FV 的降解率大大降低 (1.98wt%/hr 比 3.03wt%/hr)。特别是典型的氧化产物戊酸甲酯的生成率在 Irganox1010 存在下大大降低了。

5 实施例 II

该实施例用于举例说明在典型的 M5FV-蒸馏温度下, 氧气是 M5FV 降解的真正主要原因。

为了模拟典型的蒸馏条件, 在 250g 高纯 M5FV(组成见表 1) 中加入 0.2wt%的 Irganox1010 并在闪蒸塔中加热到 130℃ 维持 3h。在此期间, 闪蒸塔的空气完全排除空气。

分解过程是通过一个时间函数监控, 并在一个固定的时间间隔内取样用于气相色谱分析。没有观察到 M5FV 的降解。在没有 Irganox1010 存在下重复相同的实验。也没有观察到 M5FV 的降解。

15 很清楚, 氧气的存在是在典型的 M5FV-蒸馏温度下 M5FV 降解率的最主要的因素。

