



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103804209 B

(45) 授权公告日 2016. 01. 27

(21) 申请号 201410045612. 2

(22) 申请日 2014. 02. 08

(73) 专利权人 中北大学

地址 030051 山西省太原市尖草坪区学院路  
3号

(72) 发明人 唐昌盛 袁志红

(74) 专利代理机构 太原晋科知识产权代理事务  
所(特殊普通合伙) 14110

代理人 郑晋周

(51) Int. Cl.

C07C 229/08(2006. 01)

C07C 227/08(2006. 01)

(56) 对比文件

CN 102256934 A, 2011. 11. 23, 说明书第 29  
段.

崔建兰. 一锅法合成 11- 氨基十一酸的研

究. 《合成化学》. 2012, (第 4 期), 第 374-376  
页.

蔡剑波等. 11- 溴代十一酸的合成. 《应用化  
工》. 2007, 第 36 卷(第 9 期), 第 898-900 页.

审查员 赵永江

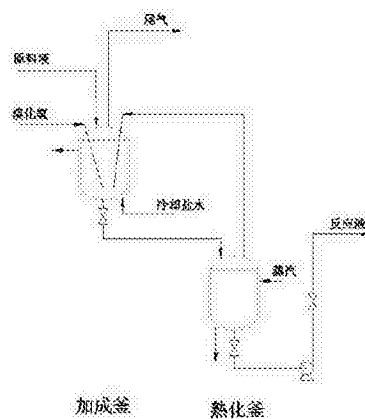
权利要求书2页 说明书5页 附图1页

(54) 发明名称

一种由 10- 十一烯酸制取 11- 氨基十一酸的  
方法

(57) 摘要

本发明涉及一种由蓖麻油生产尼龙 11 树脂  
的工艺, 具体为该工艺中 10- 十一烯酸制取 11- 氨  
基十一酸的方法。本发明包括下列步骤: 10- 十一  
烯酸和甲苯、苯共同按比例配成原料液, 在催化剂  
存在下, 与溴化氢在双釜式反应装置内进行加成  
反应生成 11- 溴代十一酸反应液; 11- 溴代十一酸  
反应液不需要结晶, 分别采用三种不同处理方式  
进行氨解; 在氨解反应中加入相转移催化剂, 加  
速氨解反应; 氨解反应完成后, 真空过滤, 滤饼为  
11- 氨基十一酸粗品; 粗品加入无离子水, 加热溶  
解, 降温结晶, 过滤得精制 11- 氨基十一酸产品。



1. 一种由 10- 十一烯酸制取 11- 氨基十一酸的方法, 其特征在于包括下列步骤:

(1) 10- 十一烯酸和甲苯、苯共同按比例配成原料液, 在催化剂存在下, 与溴化氢在双釜式反应装置内进行溴代反应生成 11- 溴代十一酸反应液; 所述催化剂为偶氮二异丁腈或过氧化苯甲酰, 催化剂用量为 10- 十一烯酸质量的 1 ~ 5%; 所述的溴代反应在双釜式反应装置内连续进行反应, 反应装置包括一台加成釜和一台熟化釜, 加成釜外带夹套, 通冷却水或冷冻盐水用于控制反应温度, 通过反应釜的存液量控制反应停留时间; 熟化釜外带夹套, 通蒸汽提高温度以保证原料 10- 十一烯酸完全反应, 同时蒸除剩余的溴化氢返回加成釜继续反应;

(2) 11- 溴代十一酸反应液不需要结晶, 分别采用以下三种方式之一进行氨解反应:

A、采用水蒸汽蒸馏除去溴代反应液中的甲苯和苯, 加氨水进行氨解; 所述的水蒸汽蒸馏是指将水蒸汽直接通入溴代反应液液面下, 溶剂甲苯和苯随着水蒸汽一起蒸发出来, 将溶剂彻底地蒸除干净;

B、溴代反应液直接加氨水进行氨解; 是指溴代反应液不蒸除溶剂, 11- 溴代十一酸和溶剂一同加入反应釜参与氨解反应, 氨解反应完成后溶剂甲苯和苯随着氨水一同过滤出来, 再通过分层分离氨水和溶剂, 各自进行回收处理;

C、溴代反应液直接加液氨进行氨解; 是指以溶剂甲苯和苯为氨解反应介质, 直接向 11- 溴代十一酸反应液中通液氨, 11- 溴代十一酸与氨在溶剂甲苯和苯中进行反应, 生成 11- 氨基十一酸, 过滤得 11- 氨基十一酸粗品;

(3) 在氨解反应中加入相转移催化剂, 加速氨解反应, 缩短反应时间, 抑制副反应进行; 所述相转移催化剂为四丁基溴化铵、四丁基氯化铵、吡啶、三丁胺, 相转移催化剂用量为 11- 溴代十一酸质量的 1 ~ 10%;

(4) 氨解反应完成后, 真空过滤, 滤饼为 11- 氨基十一酸粗品; 粗品加入无离子水, 加热溶解, 降温结晶, 过滤得精制 11- 氨基十一酸产品。

2. 根据权利要求 1 所述的由 10- 十一烯酸制取 11- 氨基十一酸的方法, 其特征在于: 所述的溴代反应操作条件: 原料液配比 10- 十一烯酸与甲苯、苯的体积比为 1 : 2 ~ 3 : 2 ~ 3, 10- 十一烯酸与溴化氢的摩尔比为 1 : 1.01 ~ 1.20, 溴代反应温度为 10 ~ 30℃, 反应停留时间 30 ~ 90 分钟。

3. 根据权利要求 1 所述的由 10- 十一烯酸制取 11- 氨基十一酸的方法, 其特征在于: 所述氨解反应在釜式反应器中进行, 11- 溴代十一酸与氨分子的摩尔比为 1 : 3 ~ 20, 反应温度为 5 ~ 40℃, 反应压力为 0 ~ 0.3MPa, 反应时间为 10 ~ 50 小时。

4. 根据权利要求 1 所述的由 10- 十一烯酸制取 11- 氨基十一酸的方法, 其特征在于: 所述降温结晶为: 11- 氨基十一酸与水的质量比为 1 : 5 ~ 15, 加热温度为 90 ~ 130℃, 保温时间 30 ~ 120 分钟, 结晶终点温度为 20 ~ 30℃。

5. 根据权利要求 1 所述的由 10- 十一烯酸制取 11- 氨基十一酸的方法, 其特征在于包括下列步骤: 采用熔点 23℃、纯度大于 98% 的 10- 十一烯酸为原料; 10- 十一烯酸与甲苯、苯的体积比为 1 : 3 : 2, 加入 10- 十一烯酸质量的 4% 的偶氮二异丁腈, 开始先向加成釜放入约 1/2 容积的原料液, 按 10- 十一烯酸与溴化氢摩尔比 1 : 1.1 向加成釜底部通入溴化氢气体, 然后原料液与溴化氢保持配比连续加料, 通冷却水或冷冻盐水控制加成釜反应温度 18 ~ 20℃, 通过放料调节反应釜的存液量控制反应停留时间约 45 分钟; 熟化釜夹套通蒸汽

控制熟化釜温度  $75 \sim 80^{\circ}\text{C}$ ，蒸除的溴化氢返回加成釜继续反应；取上述反应液，按 11- 溴代十一酸与氨分子的摩尔比为 1 :10 加入 28% 的氨水，加入 2% 的相转移催化剂四丁基溴化铵，反应温度控制在  $28 \sim 30^{\circ}\text{C}$ ，搅拌反应 36 小时，真空抽滤，滤饼为 11- 氨基十一酸粗品；11- 氨基十一酸粗品按质量比 1 : 5 加入无离子水，加热到  $120^{\circ}\text{C}$  溶解，保温 1 小时后，降温结晶， $20^{\circ}\text{C}$  过滤得精制 11- 氨基十一酸产品。

## 一种由 10-十一烯酸制取 11-氨基十一酸的方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种由蓖麻油生产尼龙 11 树脂的工艺,具体为该工艺中 10-十一烯酸制取 11-氨基十一酸的方法。

### 背景技术

[0002] 尼龙 11 化学名称为聚十一内酰胺,英文名称为 Polyundecanoylamide (简称为 PA11), 化学结构式为  $H[NH(CH_2)_{10}CO]_nOH$ , 是以蓖麻油为原料合成的长碳链柔软尼龙,是聚酰胺类工程塑料中的一个重要品种。尼龙 11 生产主要包括 10-十一烯酸生产、11-氨基十一酸生产、单体聚合与树脂改性几个部分。

[0003] 11-氨基十一酸作为合成尼龙 11 的单体,目前国内外采用的合成路线分两步。第一步为溴代反应,原料 10-十一烯酸先与甲苯配料,与溴化氢气体进行反马氏加成,生成 11-溴代十一酸,然后经过水洗、结晶得到精制的 11-溴代十一酸用作氨解原料;第二步为氨解反应,11-溴代十一酸与氨水反应得到 11-氨基十一酸,再结晶得到精制的 11-氨基十一酸。

[0004] 第一步溴代反应,现有工艺中,将 10-十一烯酸和甲苯液按 1 : 3 ~ 4 的质量比配成 10-十一烯酸的甲苯溶液,然后与溴化氢气体在带有夹套冷却的填料塔内,连续逆向接触发生反应,生成 11-溴代十一酸的甲苯溶液。溴代反应液经过水洗至中性后,放入冷冻结晶釜中,开启搅拌,给冷却夹套通入冷冻盐水,料液冷冻至  $-20^{\circ}C$  以下结晶,然后放入密闭过滤机中压滤,得到的滤饼为 11-溴代十一酸产品。

[0005] 现有工艺中的问题主要有:10-十一烯酸与溴化氢只有在催化条件下发生反马氏加成才能得到 11-溴代十一酸,催化不好,副产物很多;本反应放热量大,在塔式反应中,物料与塔壁很少接触,温度很难控制;不仅水洗产生大量的废水,而且冷冻结晶温度低,需要大功率冷冻机,能源消耗大,设备复杂;同时结晶过程中也损失了部分 11-溴代十一酸,造成收率降低。导致产品质量不稳定、产率低、工程投资大、经济效益差。

[0006] 第二步氨解反应,现有的工艺中,先将浓度约 25 ~ 30% 的氨水按投料比投入氨化釜,再将精制的 11-溴代十一酸投入氨化釜,在  $20^{\circ}C \sim 30^{\circ}C$  的反应温度下,充分搅拌,反应 70 ~ 100 小时,然后将生成的 11-氨基十一酸粗品经过水洗、结晶、过滤、干燥等精制处理制得成品。

[0007] 现有的工艺中,氨解所用的时间很长,生产效率较低,副产物较多,收率相对较低;11-氨基十一酸粗品的精制过程中,精制效果不好,产品质量不高。

### 发明内容

[0008] 本发明针对现有 10-十一烯酸生产 11-氨基十一酸工艺存在的问题,提供了一种 11-溴代十一酸反应液不结晶,直接制取 11-氨基十一酸的方法。

[0009] 本发明由 10-十一烯酸制取 11-氨基十一酸的方法,包括下列步骤:

[0010] 1) 10-十一烯酸和甲苯、苯共同按比例配成原料液,在催化剂存在下,与溴化氢在

双釜式反应装置内进行溴代反应生成 11- 溴代十一酸反应液；

[0011] 2) 11- 溴代十一酸反应液不需要结晶, 分别采用以下三种方式之一进行氨解反应：

[0012] A、采用水蒸汽蒸馏除去溴代反应液中的甲苯和苯, 加氨水进行氨解；所述的水蒸汽蒸馏是指将水蒸汽直接通入溴代反应液液面下, 溶剂甲苯和苯随着水蒸汽一起蒸发出来, 蒸汽蒸馏能起到防止减压导致的空气渗入, 有效保护 11- 溴代十一酸在减压蒸馏过程中不被氧化分解, 也能降低甲苯和苯的分压, 起到减压蒸馏的作用, 将溶剂彻底地蒸除干净；

[0013] B、溴代反应液直接加氨水进行氨解；是指溴代反应液不蒸除溶剂, 11- 溴代十一酸和溶剂一同加入反应釜参与氨解反应, 氨解反应完成后溶剂甲苯和苯随着氨水一同过滤出来, 再通过分层分离氨水和溶剂, 各自进行回收处理；

[0014] C、溴代反应液直接加液氨(无水) 进行氨解；是指以溶剂甲苯和苯为氨解反应介质, 直接向 11- 溴代十一酸反应液中通液氨, 11- 溴代十一酸与氨在溶剂甲苯和苯中进行反应, 生成 11- 氨基十一酸, 过滤得 11- 氨基十一酸粗品；实验表明 11- 溴代十一酸与氨在溶剂甲苯和苯中进行反应, 比在水相中有更快的反应速度, 但产品质量相对较难控制；

[0015] 3) 在氨解反应中加入相转移催化剂, 加速氨解反应, 缩短反应时间, 抑制副反应进行；

[0016] 4) 氨解反应完成后, 真空过滤, 滤饼为 11- 氨基十一酸粗品；粗品加入无离子水, 加热溶解, 降温结晶, 过滤得精制 11- 氨基十一酸产品。

[0017] 作为优化, 所述的溴代反应操作条件：原料液配比 10- 十一烯酸与甲苯、苯的体积比为 1 : 2 ~ 3 : 2 ~ 3, 10- 十一烯酸与溴化氢的摩尔比为 1 : 1.01 ~ 1.20, 溴代反应温度为 10 ~ 30℃, 反应停留时间 30 ~ 90 分钟。

[0018] 作为优化, 所述催化剂为自由基引发剂。

[0019] 作为优化, 所述催化剂偶氮二异丁腈或过氧化苯甲酰, 催化剂用量为 10- 十一烯酸质量的 1 ~ 5%。

[0020] 作为优化, 所述氨解反应在釜式反应器中进行, 11- 溴代十一酸与氨分子的摩尔比为 1 : 3 ~ 20, 反应温度为 5 ~ 40℃, 反应压力为 0 ~ 0.3Mp, 反应时间为 10 ~ 50 小时。

[0021] 作为优化, 所述相转移催化剂为四丁基溴化铵、四丁基氯化铵、吡啶、三丁胺, 相转移催化剂用量为 11- 溴代十一酸质量的 1 ~ 10%。

[0022] 作为优化, 所述降温结晶为：11- 氨基十一酸与水的质量比为 1 : 5 ~ 15, 加热温度为 90 ~ 130℃, 保温时间 30 ~ 120 分钟, 结晶终点温度为 20 ~ 30℃。

[0023] 作为优化, 所述的溴代反应在双釜式反应装置内连续进行反应, 反应装置包括一台加成釜和一台熟化釜, 加成釜外带夹套, 通冷却水或冷冻盐水用于控制反应温度, 通过反应釜的存液量控制反应停留时间；熟化釜外带夹套, 通蒸汽提高温度以保证原料 10- 十一烯酸完全反应, 同时蒸除剩余的溴化氢返回加成釜继续反应。

[0024] 作为优化, 由 10- 十一烯酸制取 11- 氨基十一酸的方法, 包括下列步骤：采用熔点 23℃、纯度大于 98% 的 10- 十一烯酸为原料；10- 十一烯酸与甲苯、苯的体积比为 1 : 3 : 2, 加入 10- 十一烯酸质量的 4% 的偶氮二异丁腈, 开始先向加成釜放入约 1/2 容积的原料液, 按 10- 十一烯酸与溴化氢摩尔比 1 : 1.1 向加成釜底部通入溴化氢气体, 然后原料液与溴

化氢保持配比连续加料,通冷却水或冷冻盐水控制加成釜反应温度 18 ~ 20℃,通过放料调节反应釜的存液量控制反应停留时间约 45 分钟;熟化釜夹套通蒸汽控制熟化釜温度 75 ~ 80℃,蒸除的溴化氢返回加成釜继续反应;取上述反应液,按 11- 溴代十一酸与氨分子的摩尔比为 1 :10 加入 28%的氨水,加入 2%的相转移催化剂四丁基溴化铵,反应温度控制在 28 ~ 30℃,搅拌反应 36 小时,真空抽滤,滤饼为 11- 氨基十一酸粗品;11- 氨基十一酸粗品按质量比 1 : 5 加入无离子水,加热到 120℃溶解,保温 1 小时后,降温结晶,20℃过滤得精制 11- 氨基十一酸产品。

[0025] 本发明与现有技术相比的突出优点是:1. 溴代反应中采用自由基引发剂做催化剂,反应选择性大大提高;加成与熟化双釜式反应装置,有效解决了塔式反应装置中反应温度难以控制的问题,同时提高了溴化氢利用率,简化了操作,降低了设备投资和维护费用。

[0026] 2. 11- 溴代十一酸不需要结晶精制,大大节约了设备投资,降低了能量消耗。

[0027] 3. 在氨解反应中加入相转移催化剂,加速氨解反应,缩短反应时间,提高生产效率,减少氨解设备投资。

[0028] 4. 11- 氨基十一酸粗品用过热水结晶精制,有效提高了产品质量,对保证产品质量,提高收率起到了重要作用。

[0029] 本发明装置结构简单,简化了流程,降低了设备投资和维护费用,产品收率高,质量好,经济效益大大提高。

#### 附图说明

[0030] 图 1 本发明溴代反应装置示意图。

#### 具体实施方式

[0031] 实施例 1: 采用熔点 23℃、纯度大于 98%的 10- 十一烯酸为原料,原料液配比 10- 十一烯酸与甲苯、苯的体积比为 1 :3 :2,加入 10- 十一烯酸质量的 4%的偶氮二异丁腈,反应装置如图 1,开始先向加成釜放入约 1/2 容积的原料液,按 10- 十一烯酸与溴化氢摩尔比 1 : 1.1 向加成釜底部通入溴化氢气体,然后原料液与溴化氢保持配比连续加料,通冷却水或冷冻盐水控制加成釜反应温度 18 ~ 20℃,通过放料调节反应釜的存液量控制反应停留时间约 45 分钟。熟化釜夹套通蒸汽控制熟化釜温度 75 ~ 80℃,蒸除的溴化氢返回加成釜继续反应。取反应液样分析 11- 溴代十一酸含量,计算得率为 132.6%。

[0032] 取上述反应液,按 11- 溴代十一酸与氨分子的摩尔比为 1 :10 加入 28%的氨水,加入 2%的相转移催化剂四丁基溴化铵,反应温度控制在 28 ~ 30℃,搅拌反应 36 小时,真空抽滤,滤饼为 11- 氨基十一酸粗品。

[0033] 11- 氨基十一酸粗品按质量比 1 : 5 加入无离子水,加热到 120℃溶解,保温 1 小时后,降温结晶,20℃过滤得精制 11- 氨基十一酸产品。干燥、称重,产品得率(以 10- 十一烯酸计)92.6%。

[0034] 实施例 2: 采用熔点 23℃、纯度大于 98%的 10- 十一烯酸为原料,原料液配比 10- 十一烯酸与甲苯、苯的体积比为 1 :3 :2,加入 10- 十一烯酸质量的 4%的偶氮二异丁腈,反应装置如图 1,开始先向加成釜放入约 1/2 容积的原料液,按 10- 十一烯酸与溴化氢摩尔比 1 : 1.1 向加成釜底部通入溴化氢气体,然后原料液与溴化氢保持配比连续加料,通冷

却水或冷冻盐水控制加成釜反应温度 18 ~ 20℃, 通过放料调节反应釜的存液量控制反应停留时间约 45 分钟。熟化釜夹套通蒸汽控制熟化釜温度 75 ~ 80℃, 蒸除的溴化氢返回加成釜继续反应。取反应液样分析 11- 溴代十一酸含量, 计算得率为 132.6%。

[0035] 取上述反应液, 通入水蒸汽, 溶剂甲苯和苯随着水蒸汽一起蒸发出来, 蒸至无甲苯馏出止, 得 11- 溴代十一酸粗品。

[0036] 按 11- 溴代十一酸与氨分子的摩尔比为 1 : 5 加入 28% 的氨水, 加入 5% 的相转移催化剂四丁基氯化铵, 反应温度控制在 20 ~ 22℃, 搅拌反应 48 小时, 真空抽滤, 滤饼为 11- 氨基十一酸粗品。

[0037] 11- 氨基十一酸粗品按质量比 1 : 5 加入无离子水, 加热到 120℃ 溶解, 保温 1 小时后, 降温结晶, 20℃ 过滤得精制 11- 氨基十一酸产品。干燥、称重, 产品得率(以 10- 十一烯酸计) 88.4%。

[0038] 实施例 3: 采用熔点 23℃、纯度大于 98% 的 10- 十一烯酸为原料, 原料液配比 10- 十一烯酸与甲苯、苯的体积比为 1 : 3 : 2, 加入 10- 十一烯酸质量的 4% 的偶氮二异丁腈, 反应装置如图 1, 开始先向加成釜放入约 1/2 容积的原料液, 按 10- 十一烯酸与溴化氢摩尔比 1 : 1.1 向加成釜底部通入溴化氢气体, 然后原料液与溴化氢保持配比连续加料, 通冷却水或冷冻盐水控制加成釜反应温度 18 ~ 20℃, 通过放料调节反应釜的存液量控制反应停留时间约 45 分钟。熟化釜夹套通蒸汽控制熟化釜温度 75 ~ 80℃, 蒸除的溴化氢返回加成釜继续反应。取反应液样分析 11- 溴代十一酸含量, 计算得率为 132.6%。

[0039] 取上述反应液, 加入 6% 的相转移催化剂吡啶, 缓缓通入液氨, 控制反应器内压力 0.1 ~ 0.15Mp, 反应温度控制在 10 ~ 15℃, 搅拌反应 20 小时, 静置 2 小时, 真空抽滤, 滤饼为 11- 氨基十一酸粗品。

[0040] 11- 氨基十一酸粗品按质量比 1 : 5 加入无离子水, 加热到 120℃ 溶解, 保温 1 小时后, 降温结晶, 20℃ 过滤得精制 11- 氨基十一酸产品。干燥、称重, 产品得率(以 10- 十一烯酸计) 84.3%。

[0041] 实施例 4: 采用熔点 21℃、纯度大于 96% 的 10- 十一烯酸为原料, 原料液配比 10- 十一烯酸与甲苯、苯的体积比为 1 : 2.5 : 2.5, 加入 10- 十一烯酸质量的 2% 的过氧化苯甲酰, 反应装置如图 1, 开始先向加成釜放入约 1/2 容积的原料液, 按 10- 十一烯酸与溴化氢摩尔比 1 : 1.2 向加成釜底部通入溴化氢气体, 然后原料液与溴化氢保持配比连续加料, 通冷却水或冷冻盐水控制加成釜反应温度 10 ~ 12℃, 通过放料调节反应釜的存液量控制反应停留时间约 80 分钟。熟化釜夹套通蒸汽控制熟化釜温度 65 ~ 70℃, 蒸除的溴化氢返回加成釜继续反应。取反应液样分析 11- 溴代十一酸含量, 计算得率为 129.8%。

[0042] 取上述的反应液, 按 11- 溴代十一酸与氨分子的摩尔比为 1 : 5 加入 28% 的氨水, 加入 3% 的相转移催化剂四丁基氯化铵, 反应温度控制在 30 ~ 32℃, 搅拌反应 24 小时, 真空抽滤, 滤饼为 11- 氨基十一酸粗品。

[0043] 11- 氨基十一酸粗品按质量比 1 : 10 加入无离子水, 加热到 100℃ 溶解, 保温 90 分钟后, 降温结晶, 30℃ 过滤得精制 11- 氨基十一酸产品。干燥、称重, 产品得率(以 10- 十一烯酸计) 90.5%。

[0044] 实施例 5: 采用熔点 21℃、纯度大于 96% 的 10- 十一烯酸为原料, 原料液配比 10- 十一烯酸与甲苯、苯的体积比为 1 : 2.5 : 2.5, 加入 10- 十一烯酸质量的 2% 的过氧化苯甲

酰,反应装置如图1,开始先向加成釜放入约1/2容积的原料液,按10-十一烯酸与溴化氢摩尔比1:1.2向加成釜底部通入溴化氢气体,然后原料液与溴化氢保持配比连续加料,通冷却水或冷冻盐水控制加成釜反应温度10~12℃,通过放料调节反应釜的存液量控制反应停留时间约80分钟。熟化釜夹套通蒸汽控制熟化釜温度65~70℃,蒸除的溴化氢返回加成釜继续反应。取反应液样分析11-溴代十一酸含量,计算得率为129.8%。

[0045] 取上述的反应液,通入水蒸汽,溶剂甲苯和苯随着水蒸汽一起蒸发出来,蒸至无甲苯馏出止,得11-溴代十一酸粗品。

[0046] 按11-溴代十一酸与氨分子的摩尔比为1:10加入28%的氨水,加入4%的相转移催化剂四丁基溴化铵,反应温度控制在24~26℃,搅拌反应40小时,真空抽滤,滤饼为11-氨基十一酸粗品。

[0047] 11-氨基十一酸粗品按质量比1:10加入无离子水,加热到100℃溶解,保温90分钟后,降温结晶,30℃过滤得精制11-氨基十一酸产品。干燥、称重,产品得率(以10-十一烯酸计)85.2%。

[0048] 实施例6:

[0049] 采用熔点21℃、纯度大于96%的10-十一烯酸为原料,原料液配比10-十一烯酸与甲苯、苯的体积比为1:2.5:2.5,加入10-十一烯酸质量的2%的过氧化苯甲酰,反应装置如图1,开始先向加成釜放入约1/2容积的原料液,按10-十一烯酸与溴化氢摩尔比1:1.2向加成釜底部通入溴化氢气体,然后原料液与溴化氢保持配比连续加料,通冷却水或冷冻盐水控制加成釜反应温度10~12℃,通过放料调节反应釜的存液量控制反应停留时间约80分钟。熟化釜夹套通蒸汽控制熟化釜温度65~70℃,蒸除的溴化氢返回加成釜继续反应。取反应液样分析11-溴代十一酸含量,计算得率为129.8%。

[0050] 取上述的反应液,加入8%的相转移催化剂三丁胺,缓缓通入液氨,控制反应器内压力0.15~0.2Mp,反应温度控制在15~20℃,搅拌反应15小时,静置2小时,真空抽滤,滤饼为11-氨基十一酸粗品。

[0051] 11-氨基十一酸粗品按质量比1:10加入无离子水,加热到100℃溶解,保温90分钟后,降温结晶,30℃过滤得精制11-氨基十一酸产品。干燥、称重,产品得率(以10-十一烯酸计)80.7%。



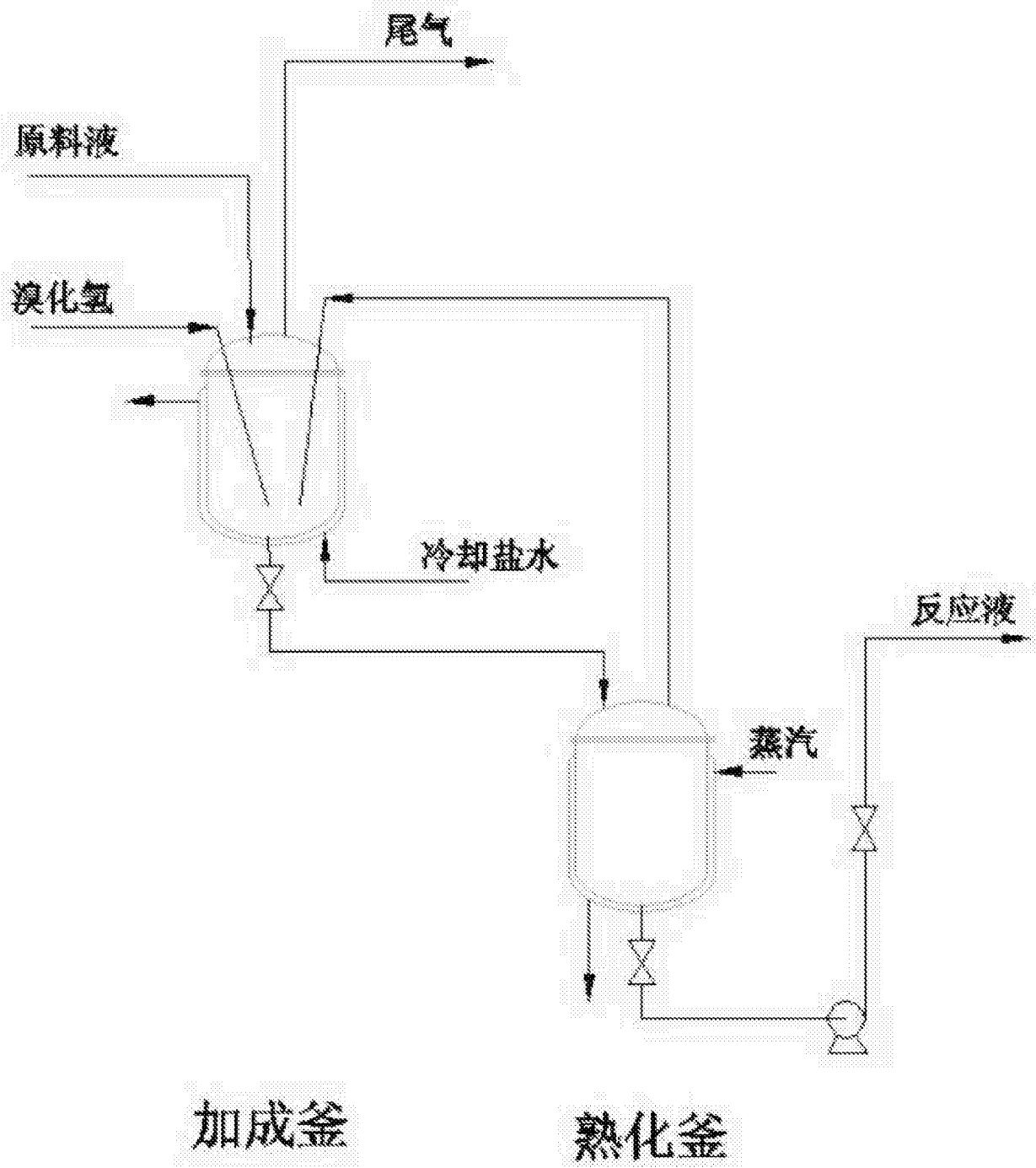


图 1