

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載
【部門区分】第 3 部門第 2 区分
【発行日】平成30年7月12日(2018.7.12)

【公開番号】特開2015-157871(P2015-157871A)
【公開日】平成27年9月3日(2015.9.3)
【年通号数】公開・登録公報2015-055
【出願番号】特願2015-117852(P2015-117852)
【国際特許分類】

C 0 7 D 225/02 (2006.01)

C 0 7 D 201/10 (2006.01)

【F I】

C 0 7 D 225/02

C 0 7 D 201/10

【誤訳訂正書】
【提出日】平成30年5月28日(2018.5.28)

【誤訳訂正 1】
【訂正対象書類名】特許請求の範囲
【訂正対象項目名】全文
【訂正方法】変更
【訂正の内容】
【特許請求の範囲】

【請求項 1】

塩化ニトロシル(NOCl)を用いてシクロアルカンをフォトニトロゼーションしてラクタムを製造する方法において、

単色光を発するLEDを用いて上記フォトニトロゼーションを行い、

フォトニトロゼーション時に生じたオキシム塩酸塩のベックマン転位及び脱塩素化段階をさらに含み、

LEDが発する単色光の平均波長が $585 \sim 650 \text{ nm}$ の範囲にある、ことを特徴とする方法。

【請求項 2】

シクロアルカンがシクロデカンである請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

LEDが発する単色光の平均波長が $585 \sim 595 \text{ nm}$ の範囲にある請求項 1 に記載の方法。

【請求項 4】

シクロアルカンのフォトニトロゼーションにマイクロリアクターを用いる請求項 1 ～ 3 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 5】

上記マイクロリアクターの本体がガラス製である請求項 4 に記載の方法。

【誤訳訂正 2】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】全文

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【発明の詳細な説明】

【発明の名称】フォトニトロゼーション段階とそれに続くベックマン転位とを含むラクタムの製造方法

【技術分野】

【0001】

本発明は、ラクタムの製造方法、特に発光ダイオード（以下、LEDと記載）の存在下でシクロアルカンをフォトニトロゼーション（photonitrosation）する段階と、それに続く、マイクロリアクター（microreactor）、好ましくはガラス製マイクロリアクターでのベックマン転位段階を含むラクタムの製造方法に関するものである。

【背景技術】

【0002】

ラクタムが工業的に有用であることは知られている。例えばカプロラクタム及びラウリルラクタムはそれぞれポリアミド6及び12の前駆物質である。

【0003】

工業レベルでシクロアルカンからラクタムを合成する方法は以下の2つの反応を連続して行う：

（1）第一の反応段階ではシクロアルカンを用いてフォトニトロゼーションする。一般に、このフォトニトロゼーションは水銀灯またはナトリウム灯を用いて有機溶媒／硫酸二相媒体中で行われる。得られたオキシムは続いて硫酸相でオキシム塩酸塩の形で抽出される。

（2）第二の反応段階では抽出されたオキシム塩酸塩を濃硫酸溶媒中でベックマン転位してラクタムを得る。その後、このベックマン転位で得られたラクタムを分離し、精製して高純度の製品にする。

【0004】

このタイプの方法は例えば特許文献1～4に開示されている。

このタイプのプロセスはラクタム製造において最も一般的な方法ではない。一般に、ベックマン転位はシクロアルカンのフォトニトロゼーションではなく、シクロアルカノンから得られるオキシムを出発物質として行われる。その結果、オキシムは塩酸塩ではなく、遊離塩基（塩でない）あるいは硫酸化物の形をしており、さらに、そのオキシムはフォトニトロゼーションで生じる塩素化不純物を含んではいない。

【0005】

フォトニトロゼーション段階を有する上記のプロセスは迅速に行われるが、欠点もある。たとえば、フォトニトロゼーション段階が特に高価な点である。

【0006】

これは、用いる水銀灯やナトリウムランプが破損し易く、ライフタイムが短いからである。加えて、ハイパワーであるため多量の（従ってコストのかかる）冷却と電力を必要とする。

【0007】

さらに、このフォトニトロゼーション段階は選択性が高くなく、5～10%の塩素化誘導体、特に塩化オキシム塩酸塩（所望のオキシム塩酸塩と一緒に硫酸で抽出される）と、5～10%の他の不純物とが生じる。

【0008】

この塩素化誘導体はベックマン転位に関連する第二反応時に変化する（以下、脱塩素化反応という）。そのためベックマン転位の収率が低下する。

【0009】

「脱塩素化」という用語は炭素骨格に結合した塩素原子を減少させる全ての化学反応を意味する。

【0010】

脱塩素に必要な温度および滞留時間条件は、ベックマン転位を行うのに必要な条件よりも厳しいため、フォトニトロゼーション段階で生じた最終ラクタム及びオキシム塩酸塩が加水分解する副反応が起こる。

【0011】

そのため、第二反応段階において、高転位収率と高脱塩素率の両方を得ることは難しい

。すなわち、従来の容積型の反応器では、温度および滞留時間条件が何であれ、オキシム塩酸塩からラクタムを得る最高収率は約 90 % であり、脱塩素率は約 70 % である。脱塩素率を増加させる条件は転位率を低下させ、これは経済的観点から認容できない。

【0012】

さらに、脱塩素反応中に変化しなかった残余塩素化不純物は、続く精製段階で除去しなければならないが、塩化不純物の量が多いため、この精製段階はさらに高額になる。

また、ベックマン転位は一般に 100 以上の温度で、濃硫酸中で行われるが、これはかなりの発熱を伴う。

【0013】

媒体中にはオキシム塩酸塩に由来する塩酸及び / 又は塩素化誘導体の除去時に発生する塩酸が存在するため、上記の環境はより難しくなり、媒体が極端に腐食されやすくなる。従って、この第二段階では特に高価な安全材料及び安全機器を用いる必要がある。

【0014】

光化学反応を行うのに用いられる LED の利用は非特許文献 1、2 に記載されている。

【0015】

その他、Teijiro Ichimura 教授のチームによる各種化学反応（すなわち、還元、N ≡ アルキル化、酸化）を紫外線領域で行うための LED の使用に焦点を当てた研究が非特許文献 3 に開示されている。

【0016】

マイクロリアクターの使用に関しては、アセトフェノンオキシム（遊離塩基）のベックマン転位用のマイクロリアクターの使用が特許文献 5 に開示されている。しかし、この場合にはベックマン転位と同時に起こる脱塩素反応は存在しないため、反応収率を容易に最適化できる。

【0017】

非特許文献 4 にはベックマン転位の動的研究が開示されている。この場合も、ベックマン転位と同時に起こる脱塩素反応は存在しない。

【0018】

金属製マイクロリアクター中でのシクロヘキサンオキシム（遊離塩基）の転位は非特許文献 5、6 に開示されている。ここでも、ベックマン転位と同時に起こる脱塩素反応は存在しないため、反応率を最適化できる。また、オキシム塩酸塩と塩化オキシムの混合物の転位は多量の腐食性塩酸を生じるため、金属製マイクロリアクター中で行うことはできない。

【0019】

産業技術総合研究所（National Institute of Advanced Industrial Science）による非特許文献 7 ~ 11 には、超臨界 H₂O 媒体中でのシクロヘキサノンオキシム（遊離塩基）の転位におけるマイクロリアクターの使用、従って、極端な温度や圧力条件下での使用が開示されている。しかし、フォトリソレーション段階で生じたオキシム塩酸塩は濃硫酸中の溶液であるため、その転位には上記の技術を適用できない。

【0020】

最後に、固定床 B₂O₃ / TiO₂ - ZrO₂ 触媒を備える金属製マイクロリアクター中でのシクロヘキサノンオキシム（遊離塩基）の転移が非特許文献 13 に記載されている。この方法は、生じた塩酸が用いられる触媒やマイクロリアクターの材料と共に使用できないため、オキシム塩酸塩と塩化オキシムの混合物の転移に適用できない。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0021】

【特許文献 1】国際特許公開第 WO 2006 / 13699 号公報

【特許文献 2】国際特許公開第 WO 99 / 01424 号公報

【特許文献 3】欧州特許第 0989118 号公報

【特許文献 4】米国特許第 3553091 号明細書

【特許文献5】国際特許公開第WO 0147758号公報

【特許文献6】欧州特許出願第0993438号

【非特許文献】

【0022】

【非特許文献1】“Leuchtdioden in der Chemie - Ein Hochzeitverschiedener Technologien”、Chemie Ingenieur Technik (2007)、79(1-2)巻、153-159頁

【非特許文献2】“Recent progress on photoreactions in microreactors”、Pure and Applied Chemistry, 79(11)巻、1959-1968 (2007)頁

【非特許文献3】Chemistry Letters, Vol. 35 No. 4 (2006) p. 410 or “Photoreactions” in “Microchemical Engineering in Practice”, T.R. Dietrich, Ed. Blackwell Publishing (2006)

【非特許文献4】Studies in Surface Science and Catalysis (2007), 172 (Science and Technology in Catalysis 2006), 129-132

【非特許文献5】Organikum, VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften Berlin, 1988, 576,

【非特許文献6】Chemfiles, Vol. 5, No. 7, publication by Sigma Aldrich

【非特許文献7】Materials Chemistry in Supercritical Fluids (2005), 123-144, CA: 146:358239;

【非特許文献8】International Journal of Chemical Reactor Engineering (2005), 3, No pp. given, CA: 144:88591;

【非特許文献9】Gurin Kemisutori Shirizu (2004), 3(Chorinkai Ryutai no Saishin Oyo Gijutsu), 45-67, CA: 142:410655;

【非特許文献10】Kurin Tekunoroji (2004), 14(6), 47-50, CA: 141:123911;

【非特許文献11】Petrotech (Tokyo, Japan) (2003), 26(9), 721-725, CA: 140:423523;

【非特許文献12】Chemical Communications (Cambridge, United Kingdom) (2002), (19), 2208-2209, CA: 138:73570

【非特許文献13】Applied Catalysis, A: General (2004), 263(1), 83-89

【非特許文献14】Chem. Eng. Technol. 2008, 31, No. 8, 1146-1154 by P. Barthe et al.

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0023】

本発明は、塩化ニトロシル(NOCl)を用いてシクロアルカンをフォトニトロゼーションしてラクタムを製造する方法に関するものであり、上記フォトニトロゼーションを単色光発光のLEDを用いて行う点に特徴がある。

種々の波長の複数のLEDを組み合わせても、各LEDが単色光発光スペクトルを有している限り、本発明の範囲を逸脱するものではない。

【課題を解決するための手段】

【0024】

LEDを用いることには様々な利点がある。特に、水銀灯やナトリウムランプを用いるよりも安価である。これは、LEDが上記ランプよりも寿命が長く、冷却及びエネルギー消費が少ないからである。

【0025】

加えて、LEDは水銀を一切含まない。水銀は猛毒物質であり、その使用や再利用は複雑であり、コストがかさむ。

【0026】

LEDは発光スペクトルが比較的狭い単光源であり、驚くことに、フォトニトロゼーション反応の選択性を高めるという利点もある。

【0027】

たとえば、590 nmの波長を有するLEDを用いることで、フォトリソレーション反応の選択性を1～2%高めることができる。

【0028】

本発明方法は以下の複数の特徴を単独または技術的に可能なすべての組み合わせで有することができる：

(a) 本発明の一つの実施例では、LEDから発せられる単色光の平均波長は550～550 nmの範囲にある。

(b) 本発明の一つの実施例では、LEDから発せられる単色光の平均波長は585～595 nmの範囲にある。

(c) 本発明の他の実施例では、シクロアルカンのフォトリソレーションを本体が好ましくはガラスから成るマイクロリアクター中で行う。

(d) 本発明の他の実施例では、本発明方法がフォトリソレーション時に生じるオキシム塩酸塩のベックマン転位段階を有する。

(e) 本発明の一つの実施例では、ベックマン転位をマイクロリアクターを用いて行い、このマイクロリアクターの本体はタンタル、フッ素ポリマー、ガラス鋼 (glass steel) またはガラス、好ましくはガラスから成る。

【0029】

「マイクロリアクターの本体 (corp)」という用語は、フォトリソレーション及び/又はベックマン転位段階で、反応媒体と接触する反応器の部分の意味する。

【0030】

本発明の第二の独立した観点から、本発明はラクタムの製造方法に関するものである。本発明方法はシクロアルカンのフォトリソレーション時に生じたオキシム塩酸塩のベックマン転位および脱塩素化を同時に行う段階を有し、このベックマン転位/脱塩素化段階を本体がタンタル、フッ素ポリマー、ガラス鋼 (glass steel) またはガラスであるマイクロリアクターを用いて行う。

【0031】

本発明のこの第二の態様から、流量、温度、滞留時間を正確に制御してベックマン転位/脱塩素化を行うことが可能になる。それによって安全性と反応率が增加する。

【0032】

驚くべきことに、脱塩素化の収率とベックマン転位の収率が同時に向上し、前のシクロアルカンのフォトリソレーション段階で従来のLEDまたは水銀灯またはナトリウムランプを用いた場合でも、その使用条件とは無関係に向上する、ということを確認した。

【0033】

さらに、マイクロリアクターを使用することで、用いる反応物が少量で済み、反応の発熱性 (exothermicity) の制御に優れているので、最適安全条件を確保することができる。

【0034】

本反応のより好ましい態様では安価なガラス製のマイクロリアクターを用いる。

【0035】

本発明の他の特徴や利点は、以下に記載する実施例からより明瞭になるであろう。しかし、本発明の範囲がこれらの実施例に限定されるものではない。

【発明を実施するための形態】

【0036】

本発明によりラクタムを製造する方法では、シクロアルカンのフォトリソレーションを行うためにLEDを用い、その後、マイクロリアクター、好ましくはガラス製のマイクロリアクター中でベックマン転位段階を行う。

【0037】

「マイクロリアクター」という用語は、直列又は並列に接続された微小構造化された反応装置 (reacteurs microstructures) の任意のアッセンブリー (組立体) を意味し、この「微小構造化された反応装置」または単に「微小構造体 (microstructure)」とは、少

なくとも一つの特徴寸法 (dimension characteristics) が 1 ミクロン ~ 15 ミリメートルで且つ下記 (1) ~ (3) の特徴を有する任意の化学反応器を意味する：

(1) 従来の反応器容積に比べて、内表面積と内容積の比が極端に大きく、より具体的には、従来の反応器では通常は $100 \text{ m}^2 \text{ m}^{-3}$ 以下であるのに対して、約 $1000 \text{ m}^2 \text{ m}^{-3}$ 以上であり、

(2) 合計内容積が非常に小さく、通常は数マイクロリットル ~ 数十ミリリットルであり、

(3) 特徴時間 (滞留時間、混合時間等) が短く、通常は約 10 分以下。

【0038】

既に述べたように、LED を用いることで、水銀燈やナトリウムランプに比べて消費が少なく、寿命が長くなるので、ラクタムの製造プロセスのコストを抑えることができる。

【0039】

さらに、LED はマイクロリアクター中で用いることができる寸法であり且つ十分なパワーを有し、反応の選択性を増加させることができる。

【0040】

本実施例で用いる LED は約 1 ワット以上の大きい パワー を有し、10 ルーメン / W 以上の発光効率で特徴付けられる。

【0041】

この LED は Philips Lumileds 社 (例えば、Luxeon、登録商標)、Cree Inc. 社、Nichia Corporation 社等の多くのサプライヤーから入手できる。

【0042】

さらに、マイクロリアクターを用いることで反応媒体を均一に攪拌することができ、特に、オキシム塩酸塩 が有機相から硫酸相に移動し易くなる。

【0043】

最後に、マイクロリアクターでは反応温度と存在する化学物質の滞留時間の制御が容易になる。これはベックマン転位のような強い発熱反応には利点である。

【0044】

フォトニトロゼーションとベックマン転位 / 脱塩素化の二つの段階の少なくともいずれか一つをマイクロリアクター中で行うのが利点である。

【0045】

本発明の好ましい実施例では、フォトニトロゼーションとベックマン転位 / 脱塩素化の二つの反応段階の各々を上記マイクロリアクター中で行う。

【0046】

第一反応段階では塩化ニトロシル (NOCl) を用いてシクロアルカンのフォトニトロゼーションを行う。このフォトニトロゼーションは、当業者に周知の温度及び濃度条件 (例えば、特許文献 6 に記載) で、有機溶媒 / 硫酸の二相媒体中で行われる。

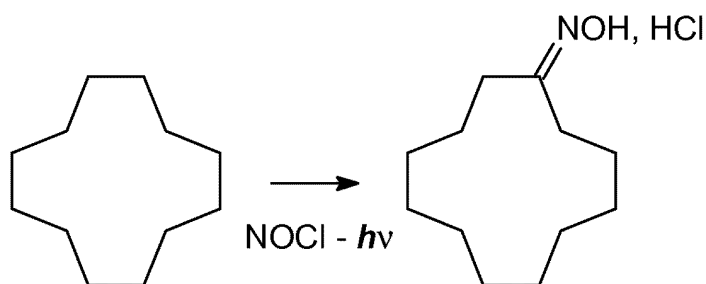
【0047】

オキシムは有機層に生じ、その後このオキシムを硫酸相で抽出して オキシム塩酸塩 の形にする。

【0048】

本発明の好ましい態様の一つでは、シクロアルカンはシクロデカンであり、下記フォトニトロゼーション反応によってシクロデカンオキシム塩酸が得られる：

【0049】



シクロドデカン

シクロドデカンオキシム塩酸塩

【 0 0 5 0 】

本発明の光子源 ($h\nu$) は単色すなわち水銀燈やナトリウムランプの発色領域よりも大幅に狭い波長範囲あるいはスペクトル、典型的には $15 \sim 30 \text{ nm}$ の波長領域の光を主として発する LED である。

【 0 0 5 1 】

結果として、この LED 発光スペクトルは、本発明のフォトニトロゼーションを行う場合の平均波長が典型的には $550 \sim 650 \text{ nm}$ の範囲にあることを特徴とする。

【 0 0 5 2 】

すなわち、平均波長は $585 \sim 595 \text{ nm}$ である。

【 0 0 5 3 】

さらに、マイクロリアクターを用いることで反応媒体内で LED から発する光子の空間分布が改善する。これはフォトニトロゼーションのような光化学反応にとって有利である。

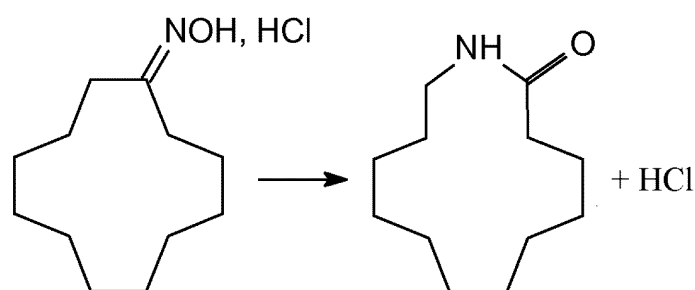
【 0 0 5 4 】

第二反応段階では、第一段階のフォトニトロゼーション段階で生じた オキシム塩酸塩 のベックマン転位 / 脱塩素化を濃硫酸媒体中で行う。

【 0 0 5 5 】

上記の本発明の好ましい実施例に従ってシクロドデカンからラクタムを製造する場合には、下記化学反応に従ってラウリルラクタムまたはドデカラクタムが得られる：

【 0 0 5 6 】



シクロドデカンオキシム塩酸塩

ドデカラクタム

【 0 0 5 7 】

驚くことに、ベックマン転位 / 脱塩素化段階でマイクロリアクターを用いると、温度及び滞留時間を正確に制御できるため、副反応 (オキシム塩酸塩 やラクタムの加水分解) を抑えることができ、脱塩素化収率とベックマン転位収率とを同時に改善することができる。

【 0 0 5 8 】

すなわち、従来の容積の反応器では不可能だった、 $70 \sim 80 \%$ の脱塩素化収率、 90% 以上のベックマン転位収率を得ることが可能になった。

【 0 0 5 9 】

この結果は例えば以下の条件で全く偶然に得ることができた：

- (1) 単一反応段階の場合、互いに連結したマイクロリアクターの数に応じて 1 6 0 ~ 2 3 0 の温度、2 秒 ~ 1 0 分間の滞留時間にするか、
(2) 2 つの反応段階の場合には、主としてベックマン転位に対応する第一段階を、互いに連結したマイクロリアクターの数に応じて 1 0 0 ~ 1 6 0 の温度、2 秒 ~ 1 0 分間の滞留時間とし、主として脱塩素化に対応する第二段階をし、互いに連結したマイクロリアクターの数に応じて 1 6 0 ~ 2 4 0 の温度、2 秒 ~ 8 分間の滞留時間にする。

【 0 0 6 0 】

さらに、マイクロリアクターを用いることで、用いる反応物が少量で済み、特に反応の発熱性の制御が正確にできるため、本発明方法の安全性が改善する。

【 0 0 6 1 】

上記段階（ベックマン転位及び脱塩素化）はガラス製のマイクロリアクターで行うのが有利である。ガラス材料を用いることで金属類などの従来の材料に通常見られる腐食の問題が解決できる。

【 0 0 6 2 】

マイクロリアクターを用いた場合、その設備投資はラクタム合成の上記の各反応（フォトリニトロゼーション又はノ及びベックマン転位と脱塩素化）の収率の改善で補われるという点に注目する必要がある。

【 0 0 6 3 】

同様に、この設備投資によって腐食、安全性に付随する問題が減り、運転コストが軽減できる。

【 0 0 6 4 】

ガラス製のマイクロリアクターを製造する技術は今日では当業者に周知である。また、Corning社やInvenios社などから販売されているガラス製マイクロリアクターも上記反応に用いることができる。

【 0 0 6 5 】

使用可能なマイクロリアクターは一般に表面積が $100 \sim 2500 \text{ cm}^2$ のパネル状のものであり、このパネルは直径が $50 \mu\text{m} \sim 10 \text{ mm}$ のチャンネルと、250 に達する熱伝導流体による加熱システムとを有している。

【 0 0 6 6 】

マイクロリアクターの製造に用いることができるガラスは例えば硼珪酸塩ガラス（例えばPyrex（登録商標）、ソーダ石灰ガラス、鉛ガラス、石英ガラス、ガラスセラミックス等の任意タイプのガラスである。

【 実施例 】

【 0 0 6 7 】

実施例 1LEDによるシクロドデカンのフォトリニトロゼーション

中心部にLED（Philips LumiLEDs社製 Luxeon LXML-PL01-0030）を80個の束（各LEDは30ルーメン（350mAの電流時）を出し、590nmに中心を有する単色光を発光する）を備えた2リットルの反応器中に、3806gの四塩化炭素中に32質量%のシクロドデカンを含む溶液と、200gの90%硫酸とを攪拌しながら導入し、LEDを点灯し、無水塩化水素酸ガスを10リットル/時で、塩化ニトロシルを10リットル/時で連続的に3時間導入する。その間、反応媒体は25を超えないように冷却した。

【 0 0 6 8 】

高性能液体クロマトグラフィー（HPLC）を用いて硫酸相中で分析した選択性（シクロドデカノンオキシムおよび反応副生成物のパーセンテージの合計に対するシクロドデカノンオキシムパーセンテージの比で表される）は89%であった。これは従来技術の水銀真空ランプやナトリウム真空ランプを用いた場合に観察されたものよりも高い値である。

【 0 0 6 9 】

実施例 2ベックマン転位 / 脱塩素化 :

(1) (反応回路) 内容積 9 m l の “ D T ” タイプの微小構造体 (Corning社製、例えば下記非特許文献 1 4 に記載) 中に、Grundfos DME- 2-18供給ポンプを用いて 9 0 % の硫酸を室温で流速 1 リットル / 時で注入した。

【非特許文献 1 4】Chem. Eng. Technol. 2008, 31, No. 8, 1146-1154 by P. Barthe et al.

【 0 0 7 0 】

(2) 熱伝導流体回路中に、Lauda Integral XT 350 HW 溶液槽を介して 2 0 5 のオイルを流速 6 リットル / 分で注入する。マイクロリアクターの排出口での熱伝導流体回路中の温度が 2 0 0 に達したら硫酸の注入をやめ、9 0 % 硫酸中に 3 0 . 1 質量 % (H P L C で測定) のシクロデカノンオキシムを含む溶液を、並列設置した 2 つのGrundfos DME-2-18ポンプを用いて約 2 . 5 リットル / 時の流速で注入する。

【 0 0 7 1 】

(3) 1 0 1 7 . 9 g のオキシム溶液を 2 5 分間注入した後、9 6 4 . 8 g の褐色のラクタム溶液を、反応回路の排出口から回収する。このラクタム溶液の H P L C 分析の結果は以下の通りである：

ラクタム：3 0 . 2 質量 %

従って、転位収率は 9 5 . 1 % である。

【 0 0 7 2 】

オキシムおよびラクタムの硫酸溶液を沈殿し、洗浄して得られるオキシム及び固体のラクタムの塩素パーセンテージはそれぞれ 2 . 1 8 % と 0 . 6 5 % である。従って、脱塩素率は 7 0 % である。

【 0 0 7 3 】

実施例 3ベックマン転位 / 脱塩素化

(1) 直列に接続した “ D T ” タイプの 4 つの微小構造体中に、Grundfos DME- 2-18供給ポンプを用いて 9 0 % 硫酸を流速 1 リットル / 時で室温で注入する。この微小構造体は Corning社製で、(反応回路) 内容積が 9 m l であり、例えば非特許文献 1 4 に記載されている。

【 0 0 7 4 】

(2) 熱伝導流体回路中にLauda Integral XT 350 HW溶液槽を用いて 1 9 0 のオイルを流速 6 リットル / 分で注入する。熱伝導流体回路中の微小構造体の排出口の温度が 1 8 5 に達したら、硫酸の注入をやめ、9 0 % 硫酸中に 3 0 . 9 質量 % (H P L C により測定) のシクロデカノンオキシムを含む溶液を、Grundfos DME-2-18ポンプを用いて約 1 リットル / 時の流速で注入する。

【 0 0 7 5 】

(3) 7 6 6 g のオキシム溶液を 1 時間注入した後、7 3 8 g の褐色のラクタム溶液を反応回路の排出口から回収する。このラクタム溶液の H P L C 分析の結果は、以下の通りである：

ラクタム：2 9 . 3 質量 %

従って、転位収率は 9 1 . 3 % である。

【 0 0 7 6 】

オキシムおよびラクタムの硫酸溶液を沈殿し、洗浄して得られるオキシム及び固体のラクタムの塩素パーセンテージはそれぞれ 2 . 6 2 % と 0 . 4 8 % である。従って、脱塩素率は 8 1 . 7 % である。

【 0 0 7 7 】

従って、マイクロリアクターを用いることで、従来技術に比べて脱塩素率 7 0 % の場合のベックマン転位収率が向上 (従来技術の 9 0 % に対して 9 5 . 1 %) し、あるいはベックマン転位収率 9 1 . 3 % の場合の脱塩素率が向上 (従来技術の 7 0 % に対して 9 1 . 7 %

) することが分かる。