

国外專利文献题解

有机合成

3

上海市石油化学研究所主編

說 明

目前，全世界專利文獻的積累總量已達一千萬件以上，其中美、英、西德、法、日五個主要資本主義國家每年出版的專利文獻約有十七萬件，占全世界每年公布的專利文獻的二分之一以上。為了便於有關專業的科技人員了解和查找上述五國的專利文獻，我們特編輯出版“國外專利文獻題解 有機合成”分冊。對每一專利除譯載其題錄外，並將其主要內容概括成題解一併予以報道，使讀者在幾個同名題錄間能夠分別其不同特點獲知專利的主題內容。茲將本分冊的有關事項分別說明如下：

1. 資料收集的國別範圍：美、英、西德、法、日等五國專利。
2. 資料所屬的年份：1964年1~3月。（部份英國專利為1963年4季度，因採用新編類號，亦併入本期）。
3. 目錄的編排次序：先按專題分類，每一專題分五個國家，每個國家再按專利流水號順序排列。
4. 外文原題從略。
5. 每一專利報道的順序說明：

專利流水號	原分類號	分冊連續序號
題錄.....		
題解.....		
申請日期		批准年份

6. 本題解所引各國專利文獻的摘要及說明書在國外文獻室均有收藏，如欲參閱可逕赴上海長樂路462號閱覽或申請复制。
7. 本分冊編譯協作單位：上海高橋化工厂。

由於這一項比較全面、系統的題解報道工作所涉及的专业面比較廣、文種比較多、數量比較大，加以編譯人員水平有限，容有謬誤之處，至希讀者指正。

國外專利文獻題解

有機合成

(3)

上海市石油化學研究所主編

*

上海市科學技術編譯館出版

(上海南昌路59號)

中華書局上海印刷廠印刷 新華書店上海發行所發行

*

開本 787×1092 1/16 印張 7 字數 217,000

1965年8月第1版 1965年8月第1次印刷

印數 1—1,300

定價：0.75 元

目 录

(1964年1~3月)

一、脂肪族化合物	
美国	(1)
英国	(13)
西德	(25)
法国	(34)
日本	(46)
二、芳香族化合物	
美国	(53)
英国	(58)
西德	(64)
法国	(67)
日本	(74)
三、杂环化合物	
美国	(76)
英国	(79)
西德	(81)
法国	(82)
日本	(84)
四、有机金属化合物	
美国	(86)
英国	(89)
西德	(92)
法国	(94)
日本	(94)
五、其他	
美国	(98)
英国	(101)
西德	(104)
法国	(106)
日本	(110)

一、脂肪族化合物

美国

3, 115, 522 260—526 03148

由β-羟烷基丙酸脱醇制备丙烯酸

含有1~17个碳原子的β-羟烷基的β-羟烷基丙酸, 在150~250°C, 液相和有0.1~25%β-羟烷基丙酸的砒金属存在时脱醇可得丙烯酸。

1961.7.31 1964

3, 117, 138 260—348.6 03149

多元醇部分缩水甘油醚之制法

至少有二个羟基的多元醇(但避免OH基以外的其他基团)与环氧氯丙烷混合, 使多元醇与环氧氯丙烷在50~150°C和碱金属氢氧化物存在下反应可得多元醇部分缩水甘油醚。

1960.5.4 1964

3, 117, 145 260—410.9 03150

纯羧酸乙烯酯之制法

在汞催化剂存在下, 羧酸与过量较低级脂肪酸的乙烯酯起乙烯基交换反应, 除去未反应之过量乙烯酯, 而留下含有新生成的羧酸乙烯酯、未反应之羧酸和汞催化剂之混合物, 加NaOH使酸全部中和, 再蒸馏之, 而得高纯度的羧酸乙烯酯。

1961.8.31 1964

3, 117, 155 260—465.2 03151

由含δ-氯基戊酰胺的残渣制取己二腈

将原料残渣(由己二酸和NH₃制备己二腈时得到)与一定量的脱水催化剂(如H₃PO₄)连续加入第一反应区, 反应温度为200~300°C, 压力150~200mmHg, 酰胺转化为己二腈, 再连续分馏蒸出反应生成的水和己二腈, 连续倾泻塔顶产物中的己二腈馏份并返入第一反应区, 塔底产物进入第二反应区, 将未反应的酰胺转化成己二腈, 反应条件和后处理相同, 再按同法进入第三反应区处理。

1961.2.1 1964

3, 117, 156 260—483 03152

在酸性催化剂存在下由醇和二烯酮制乙酰乙酸乙酯

连续制备乙酰乙酸酯乙的方法: 不断将二烯酮, 低级脂肪族饱和醇和酸催化剂加入到反应器中, 控制反应温度高

于醇的沸点, 一般在90°到140°C之间, 同时副产物的沸点也低于反应温度, 因此在反应时就可以被除去。另外, 生成的粗乙酰乙酸乙酯也需连续除去。

1960.8.8 1964

3, 117, 161 260—583 03153

亚硝基二甲基苯胺的制备

亚硝基二甲基苯胺生产的方法如下: 二甲基苯胺同氧化氮和氧(其量不小于化学计算量)在气相中接触, 保持酸性pH在1~7范围, 维持反应温度7~200°C, 混合物经冷却回收亚硝基二甲基苯胺基本上没有二甲基亚硝酸铵。

1960.2.8 1964

3, 117, 162 260—583 03154

腈类的氢化

丙腈催化氢化成二丙胺的制备方法如下: 丙腈溶在惰性溶剂中通氢, 反应温度在0~80°C, 压力在0~1000磅/吋²表压催化剂主要原料为钨载于载体上, 含量在0.1~10%(重量比), 产品只有二丙胺。

1960.3.30 1964

3, 117, 163 260—584 03155

二烷基醇胺的制备方法

二烷基醇胺(包括二乙醇胺和二异丙醇胺)的连续制造方法为烷氧基化法: 相应的单烷基醇胺在气态与烷基环氧化物按1:1.1~1.4克分子的比例下混合反应, 从反应室立刻移去二烷基醇胺。

1958.2.22 1964

3, 117, 952 260—607 03156

砷的制取

2, 2'-二羟基-乙基砷制取方法为2, 2'-二羟基二乙硫醚和过氧化氢在水溶液介质中反应(2克分子过氧化氢和1克分子二羟基二乙硫醚), 在反应过程中保持溶液的pH为7.0~9.3。

1962.3.5 1964

3, 117, 988 260—465.9 03157

丙腈腈之纯化

含有HCN与乳腈之丙腈腈在少量碱性剂存在时, 用Zn, Cd或Hg之醋酸盐, 硫酸盐, 或硝酸盐处理不纯的乳腈, 而得纯化。

1964.1.23

1964

醋酸或二溴醋酸或二种酸的盐,或二种盐的混合物中进行接触。

3,117,990

260—498

03158

1959.1.23

1964

生产乙基化合物的方法

制备醋酸乙酯的方法是将乙炔和醋酸以气相在细粉状的固体催化剂存在下发生放热反应而制得,反应段因气体混合物通过成为沸腾床。专利叙述维持反应区在预定温度的方法。

1960.9.6

1964

3,118,003

260—633

03164

季戊四醇之二氯表醇

由季戊四醇溶于其氯表醇中,加氯化氢在 100~170°C 在 1~5 大气压下反应而得。

1960.6.14

1964

3,117,991

260—537

03159

3,118,733

23—207

03165

用加热方法将苹果酸与马来酸酐反应制取富马酸

将苹果酸(羟基丁二酸)和马来酸酐(顺式丁烯二酸酐)在惰性气体下于 100~190°C 下加热制取。生成的富马酸(反式丁烯二酸)量大于混合物中苹果酸的克分子当量。

1960.7.29

1964

由石蜡烃氧化生产过氧化氢

低级石蜡烃(如乙烷,丙烷)经氧化以制备过氧化氢及相应的烯烃,同时生成少量环氧化物和醛。系将上述石蜡烃与一含氧气体在至少一个象毛细管状的小管中混合,经过骚动的流动形成一个超过爆炸上限的混合物,在 400~600°C, 20 大气压下接触 30 毫秒,即刻节流膨胀,冷至反应温度以下,再行分离。

1960.11.14

1964

3,117,992

260—563

03160

制备环脂族胺的方法

氢化单环芳胺以制取环脂族伯胺的方法是在氢化催化剂存在下,将含氢气体通入单环芳胺,反应压力为常压,温度在产物的沸点和低于原料的沸点之间,在尾气中快速冷凝出粗产物。

1960.9.12

1964

3,118,747

55—33

03166

气态甲醛的提纯法

含有水、甲醇、甲酸和互相反应之产物等杂质的甲醛单体的提纯法,是在 -20°~+150°C 下,使不纯气态甲醛通过吸附剂而进行提纯。吸附剂有聚乳酸、聚磷酸、磺化苯乙烯树脂、磺化酚醛树脂,交联聚丙烯酸。用过的吸附剂在比吸附温度略高的温度下,通入惰性气体进行解吸再生。

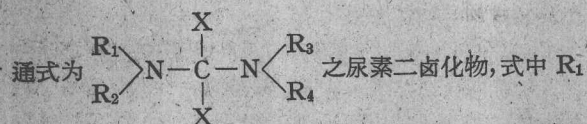
1960.12.30

1964

3,117,997

260—570.5

03161

尿素二卤化物

为苯基或氯苯基, R₂ 为 H 或 C₄ 以下之烷基, R₃、R₄ 为低烷基, X 为 Cl 或 Br。

1961.1.11

1964

3,118,867

260—112

03167

在强碱性介质中用重排法制备酰氨基羧酰胺

制造过程:在强碱性试剂中处理 α-氨基酸酯。该酯系 α:β 饱和的脂肪族羧酰胺,β 位置上有羟基或巯基。经过重排就形成题称的化合物。

1957.10.11

1964

3,117,998

260—584

03162

环氧丙烷之聚醚

由丙二醇、三乙醇胺或甘油为引发剂,少量碱金属氢氧化物为催化剂使环氧丙烷在 100~150°C 通过多级反应器,进行缩聚以生成聚醚。

1959.4.14

1964

3,118,922

260—453

03168

制备有机异氰酸酯的方法

在氢氟酸存在下,乙烯基脂肪族化合物与异氰酸酯反应制得有机异腈酸酯。氢氟酸用量和异氰酸酯的克分子相等。

1960.3.2

1964

3,118,001

260—586

03163

烯烃氧化为醛与酮的过程

一种烯烃转化为羰基化合物的过程,它主要是烯烃与氧在一种中性到酸性水介质中接触,所用催化剂有两种,一种是钨盐等,另一种是氧化还原系统为 CuCl₂,并在三氯

3,118,923

260—453

03169

制取有机氯化异氰酸酯的方法

将羰基二氟和 A(CN₂)_n 在 200°C 和无水条件下反应制

得,其中A是卤素,羟基,M,—[(O)_n—M]或—[(S)_n—M]等。M是碱金属或碱土金属。

1960.7.26

1964

3,118,925

260—453

03170

制取异氰酸酯的方法

将酰胺化合物[R₁R₂R₃C—CONR₄]_n—Y通入温度250°~900°C的反应器中,再从反应产物中分离有机异氰酸酯。

1961.1.3

1964

3,118,926

260—465.2

03171

γ-氯代丁腈的制备

系使2克分子的亚硫酰氯和0.5克分子γ-羟基丁酰胺在催化量吡啶存在下,回流反应16小时。

1957.10.21

1964

3,118,927

260—465.3

03172

由丙烯制丙烯酸和丙烯腈

本专利对丙烯和氧化氮通过固定床催化剂而生成丙烯腈的反应提出改进,即使上述气体之一直接通过细孔直径为5~125μ的多孔扩散器,这些细孔占此扩散器面积的10~75%,两种气体在固定床催化剂中开始相接触。

1959.10.29

1964

3,118,928

260—465.3

03173

丙烯腈的制造

于500~700°C,使体积比为:氮:丙烷=1:1~7和氮:氧=1:2~8的气体混合物与一催化剂接触0.5~3秒钟。此催化剂系由锡和鎢的氧化物所组成。

1961.8.16

1964

3,118,929

260—465.3

03174

四氰基乙烯的制备方法

方法包括如下:主要从三氯丙烯腈、二氯富马腈、二氯马来腈、1,1,二氯-2,2,二氰基乙烯、氯化三氰基乙烯、五氯丙烯腈、1,1,2,~三氯-1,2,2,三氰乙烷中的一种或几种混合物与氰氨酸在温度250~1500°C气相中进行反应而得。

1960.2.5

1964

3,118,935

260—530

03175

由3-环己烯基1-羧基醛制1,2,4-三羧基丁烷

系在0.01~0.5% (w/w)的催化剂如醋酸钴、硝酸钴等存在下,于10~75°C使3-环己烯基1-羧基醛与氧反应近乎完全而生成含3-环己烯基1-羧基羧酸的粗反应产物。再于40~80°C,在0.01~1% (w/w)的催化剂如钕

酸钴和钼酸钴等存在下,用6~10克分子硝酸/每克分子原料来处理此粗反应产物,从而得1,2,4-三羧基丁烷。

1959.5.22

1964

3,118,945

260—583

03176

多氟烷基胺的制法

从100~265°C,使分散在水中的一分子多氟烷醇的磺酸酯和溶在水中的二到三分子砷作用。砷的化学式为HNRR',该R,R'分别表示氢或1~5个碳原子的烷基。上述磺酸的化学式为A—SO₂—OH,A为由6~20个碳原子组成的芳基,或卤代芳基,其中有1~2个苯环,而多氟烷醇的化学式为X(CF₂)_nCH₂OH,n的数目从2~12。

1960.9.2

1964

3,118,946

260—584

03177

不饱和脂族氨基二醇及其硝基中间物的制法

系用结晶法分离苏-1,3-二羟基-2-硝基-十八烯-[4]和赤-1,3-二羟基-2-硝基-十八烯-[4]的非对映异构之混合物,再在盐酸或醋酸存在下,用锌、铁或铝来还原上述化合物中之硝基,最后以氯化锂铝或在多孔铝催化剂存在下用氢使上述化合物的三键还原为双键,从而得纯苏-顺或反-1,3-二羟基-2-氨基-十八烯-[4]和赤-顺或反-1,3-二羟基-2-氨基-十八烯-[4]。

1958.4.8

1964

3,118,949

260—604

03178

含氧化合物二聚法

由C_n烯炔制C_{2n+2}的含氧化合物是在OXO反应的条件下,用钴催化剂使C_n烯炔与CO和H₂反应而得二聚含氧化合物。反应器中加调节剂[高分子量脂肪酸的(汞或鎢)盐]为烯炔量的0.01分子/升,催化剂与调节剂之分子比为2:1~7:1。

1958.8.6

1964

3,118,954

260—638

03179

醇醛缩合的缩醛的逐步加氢

由C_nH_{2n}烯炔,通过羰基作用先经过C_{n+1}H_{2n+2}O醛类,再生成C_{2n+2}H_{4n+5}OH醇的过程。改进之处是分二段氢化,第一段以镍、铂或钨为催化剂,在150°到300°F,150到300磅/吋²,第二段以硫化铜和亚铬酸铜为催化剂,在450°~525°F,2000~4000磅/吋²氢化。附流程图。

1960.1.25

1964

3,119,111

260—680

03180

烷烃之氧化脱氢反应

系于400~650°C,使烷烃和含氧气体与氧化脱氢催化剂

——鉬酸鉀或鈉——相接触 0.5~4 秒钟,从而氧化脱氢为 1,3-二烯炔,水是副产物。

1961.2.13

1964

3, 119, 657

23-87

03181

盐酸脍胺的制法

由硝酸, 盐酸, 氯化锡和一活泼的加氢催化剂如铂, 铑在反应混合物的凝固点上至 90°C, 压力从一大气压到 3000 磅/吋²与氢反应即得。

1961.10.17

1964

3, 119, 799

260-94.1

03182

炔系聚合物及其制法

炔烃在惰性烃类溶剂中, 100°C 以下, 以周期表 IV, V, VI, VII 族的过渡元素的卤化物或烷氧化物及 I 至 III 族的烷基化物为催化剂, 聚合成分子量大于 1,000 的固体不饱和线状齐聚物。

1956.3.12

1964

3, 119, 814

260-239.3

03183

己内酰胺的制备

环己酸及其衍生物, 在硫酸存在下, 与硝酞硫酸化合物相反应。

1962.4.12

1964

3, 119, 830

260-293.4

03184

饱和脂肪族磺酰胺的制备

将烷磺酰氯与理论量的有机胺混合, 加入碱金属氢氧化物的水溶液, 维持碱性在 pH 8 以上, 于 10°~40°C 下搅拌至反应完全。

1961.2.15

1964

3, 119, 837

260-348.5

03185

在甲烷存在下由乙烯的控制氧化制环氧乙烷

于 150~450°C, 在金属银催化剂存在下, 乙烯与至少等克分子比的氧反应, 并补充含氧达 85% 之气体。此反应基本上是在无乙烷存在时, 保持乙烯浓度为进料之 10~30 克分子%, 并加入足量之甲烷以使其浓度至少为进料之 15 克分子%等情况下完成的。

1961.1.31

1964

3, 119, 842

260-343.5

03186

2,4-二羟基-2-甲基戊酸 (Mevalonic acid) 及其内酯之合成

系首先使卤代乙酸 CXY_2COOH 于 4°C 及脱水剂存在下与 4-羟基-2-丁酮在惰性有机溶剂中相反应而得其酯。其次用雷福尔马斯基反应, 以金属锌或镁来处理上述酯

溶液使发生内环化, 再水解反应产物而得 2,4-二羟基-2-甲基戊酸及其 δ -内酯。

1961.3.22

1964

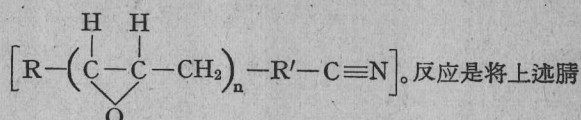
3, 119, 846

260-348

03187

制取环氧脂肪族胺的方法

在加氢催化剂存在下, 氢化具有下列结构的脂族环氧脒



和 0.5~5% 的催化剂混合, 在 500~2000 磅/吋²的 NH_3 和 H_2 压下, 温度由室温 ~130°C, 维持 2~12 小时。

1960.2.29

1964

3, 119, 851

260-429

03188

三乙酰基丙酮化钒的制法

将钒酸盐的无机酸水溶液与金属锌接触, 分子比为 2:1; 由此得到的钒盐溶液按 1 与 3 分子比和乙酰基丙酮混合就得到三乙酰基丙酮化钒, 加入足量的无机碱, 使溶液的 pH 上升到 0.8~2.0, 三乙酰基丙酮化钒即从溶液中沉淀析出。

1961.7.14

1964

3, 119, 862

260-546

03189

醋酐的制法

用分子氧将乙醛催化氧化成醋酐系在含有醋酐或乙酸的液体介质中进行, 此液体介质释放出气体混合物。本专利提出改进之处在于: 用液态乙醛与上述气体混合物直接接触, 以冷凝其中的醋酐和乙酸, 并提高了其中乙醛的浓度, 再使部分气体混合物重返至上述反应介质中。

1960.12.13

1964

3, 119, 866

260-553

03190

稳定的羟基脲素

羟基脲素之干燥稳定组成为含稳定剂之混合物, 上述稳定剂在水溶液中起缓冲作用, 其 pH 范围约在 5.5~6.5。

1961.4.12

1964

3, 119, 870

260-567.6

03191

四烷基铵过氧化物之制备

分子式为 $R_4\text{NO}_2$ 之四烷基铵过氧化物之制法, 系以碱金属过氧化物与分子式为 $R_4\text{NX}$ 的四烷基铵化合物反应制得(式中 R 是较低的烷基, X 是卤素离子或 OH 离子)。

1961.3.21

1964

3, 119, 872

260-583

03192

脂肪族 1,3-二胺之制法

此法之步骤为: (1) 在惰性溶剂中和适宜温度下, pH 为 6~8, 使等克分子量的胍和脂肪族 α, β -不饱和烯醛或酮相反应; (2) 以雷来镍为催化剂, 于 50~100°C 且压力不超过 300 磅/时² 和 pH 至少为 8 时, 将上面之反应产物氢化成 1,3-二胺。

1960.10.5 1964

3, 119, 873 260-586 03193

环己醇和环己酮的制法

系于近 158°C 和 10 公斤压力下, 使氧或氧与惰性气体之混合物, 以直径至少为 15 m/m 的气泡形式, 达到强的界面液化作用, 来氧化环己烷成环己醇和环己酮。

1959.8.26 1964

3, 119, 874 260-597 03194

烯烃氧化为醛与酮的过程

一种烯烃转化为羰基化合物的过程, 它主要是烯烃与氧在一种中性到酸性水介质中接触, 所用的催化剂有两种, 一种是钨盐, 另一种是氧化还原系统, 为在不同反应场合下显现出各种不同化合价的无机盐, 同时含有为钨重量的 0.01~5% 的金或铂离子。

1959.11.30 1964

3, 119, 875 260-604 03195

烯烃氧化为醛和酮的方法

系借一种酸到中性的液体催化剂的作用, 将含 $C_2 \sim C_8$ 的烯烃与氧相接触而氧化成羰基化合物, 如醛和酮。此催化剂为贵金属盐类之水溶液, 并有一个无机氧化还原系统, 且可重复使用。本专利强调其工艺流程之特色。

1958.10.27 1964

3, 119, 876 260-604 03196

醛和醇的制法

C_nH_{2n} 烯烃的羰基合成。在锌, 镉, 镁或铍为助催化剂存在下, 生成三种醛的混合物: 即含碳原子 $n+1$ 无支链的, 和有支链的, 及含 $2n+2$ 碳原子的二聚醛。专利改进之处是将反应物脱金属离子后进行分馏, 使一部份回流以增加二聚醛的量。

1960.1.25 1964

3, 119, 879 260-635 03197

1,4-丁炔二醇氢化制 1,4-丁烯二醇

由 1,4-丁炔二醇的水溶液加氢以雷尼镍之类为催化剂, 在常压至 300 磅/时² 氢压下反应而得。

1960.5.27 1964

3, 119, 881 260-673.5 03198

碘化脱氢法

有机化合物与碘反应, 而脱氢生成相应的有较高碳氢比的产物, 同时生成碘化氢。改进之处在于以元素铜与含碘物反应, 而从所得之碘化铜中再生出碘, 供进一步循环使用。

1961.12.22 1964

3, 119, 883 260-683.3 03199

乙烷之脱氢

由乙烷与 10~30% (体积) 之氧, 在适宜温度下通过催化剂可以脱氢, 催化剂以 ZnO 为主, 并含有 1~10 克分子% 铅或锡或铋的氧化物, 及 1% 总重量之碱金属。

1960.8.8 1964

3, 120, 525 260-268 03200

胺的精制

乙烷基聚胺用催化环化法制得的反应产物包括三乙撑二胺, 哌啶和 N-乙基哌啶, 回收胺是利用蒸馏、冷却和重结晶等方法处理。

1961.5.18 1964

3, 120, 526 260-268 03201

三乙撑二胺

由 N-胺乙基哌啶在 200~500°C 和 0.1~5000 磅/时² 下, 通过催化剂而得。催化剂为硅酸铝附少量碱或碱土金属之氢氧化物。

1962.1.22 1964

3, 120, 558 260-465.3 03202

腈的合成

链烷腈反应物(链烷部份有 1~14 个碳原子)与一种 $C_2 \sim C_{15}$ 之单烯烃在 50~500°C 温度和 0~5000 磅/时² 压力与有机或无机过氧化物为引发剂反应制得。其链烷腈生成物中碳原子数至少相等链烷腈反应物和单烯烃反应物之总碳数。

1961.2.21 1964

3, 120, 562 260-534 03203

α -羟基- ϵ -氨基己酸的制备

系于搅拌下, 使 50~100 份 2,3-二氢吡喃-2-羧基醛分散于 100 份 pH 2~3 的水中, 调节此溶液之 pH 到 7.5~8.5, 再于 30~70°C 在氧化催化剂存在下, 用 10~100 克分子氧/每克分子原料来进行氧化。最后再在雷尼催化剂存在下, 于 15~50°C, 用 10~100 克分子氨/每克分子原料和 10~100 克分子氢/每克分子原料的气体混合物来处理这氧化产物, 使其氨化, 从而得 α -羟基- ϵ -氨基

己酸。

1961.7.21

1964

3, 120, 563

260—555

03204

尿素的制备

从 NH_3 和 CO_2 制取尿素的方法是使用过量的 NH_3 , 在高温和高压下反应生成包括氨基甲酸铵的反应混合物, 减压至 10~45 大气压, 然后再加热分解氨基甲酸铵生成尿素, 同时逆流通入惰性气体除去 NH_3 和 CO_2 , 未反应的 NH_3 和 CO_2 经处理后重用。

1959.7.30

1964

3, 120, 568

260—654

03205

氯丙烯的回收

一种氯丙烯的制造工艺: 丙烯和氯通入反应器, 使起反应。然后将包括未反应的丙烯, 副产物 HCl , 焦油状物质、轻馏份、重馏份和氯丙烯引出来, 进行骤冷, 冷凝出焦油状物质, 未凝物送去蒸馏塔蒸馏, 塔顶馏出物是副产物 HCl 和未反应的丙烯。将釜液送至另一蒸馏塔, 馏出物亦是产品氯丙烯。

1960.12.22

1964

3, 121, 097

260—346.1

03206

癸硼烷鎂、四氫呋喃加成物

其制法为将癸硼烷加成物的四氫呋喃溶液加热至无氢放出为止, 再分离之。

1958.9.30

1964

3, 121, 099

260—348.5

03207

烯烴用选择性依次降低的銀盐催化剂进行氧化

由烯烴部分催化氧化为环氧乙烷之方法中, 系使烯烴与含游离氧之气体, 于 150~350°C 通过一选择性划明白的銀盐催化剂床。本专利提出, 将选择性递减之催化剂床按气体反应混合物所通入之方向排列, 可使本法得到改进。

1961.3.2

1964

3, 121, 100

260—348.5

03208

直接氧化制环氧乙烷法之改进

用水溶性的, 沸点高于 100°C 的氯代醇作抑制剂, 可改进直接氧化制环氧乙烷法。其用量为 0.1~10 毫克/米³ (进入反应器之合成气計)。

1961.11.6

1964

3, 121, 109

260—485

03209

以含鈹聚合物为催化剂使二元脂肪酸酯进行酯交换反应用水来处理原鈹酸四酯与二元醇之螯合产物, 使之聚合

而得一对水不敏感的和溶于水之聚合物。以它为催化剂, 可使二元酸酯 $\text{R}'\text{OCORCOR}'$ 和 $\text{R}''\text{OH}$ 起酯交换反应, 其量为反应物总量之 0.01~5%。R 为 2C~12C 烃基, R' 为 4C 以下之烃基, R'' 为 4C~20C 之烃基。

1957.2.25

1964

3, 121, 110

260—491

03210

乙烯基硫醚之制取

将 $\text{CH}_3\overset{\text{O}}{\parallel}\text{COCH}_2\text{CH}_2\text{SR}$ 加热至 350°C 以上, 至少使其部分分解成乙酸和乙烯基硫醚, 然后从生成物中分离乙烯基硫醚。

1960.12.16

1964

3, 121, 111

260—534

03211

新型 4-硫代脲基醋酸

本专利叙述通式为 $\text{R}_2\text{NHCSNHCR}_1\text{COOH}$ 的脲基醋酸, 式中 R 是低级烷基, 丙烯基或苄基; R_1 是低级烷基或苄基。

1960.6.20

1964

3, 121, 112

260—543

03212

N-(三氟甲基)胺基硫化物

于 100~350°C, 将 $(\text{CF}_3)_2\text{NCl}$ 与 S 或在 KF 存在下, 与 $(\text{CF}_3)_2\text{NH}$ 和 SCL_2 反应, 而得 $(\text{CF}_3)_2\text{N}-\text{S}_x\text{Y}$ 。其中 X=1~3, Y 为 Cl 或 $(\text{CF}_3)_2\text{N}-$ 。

1959.9.29

1964

3, 121, 121

260—633

03213

全氟四甲基乙二醇之合成方法

全氟四甲基乙二醇是在一元醇中由六氟丙酮还原而得, 反应在波长范围约为 1000~7000Å 之光能影响下和无水条件下进行。

1961.10.30

1964

3, 121, 124

260—677

03214

用醚化法分离三取代基的单烯烴

4~7 碳原子三取代基的单烯烴同其沸点范围相接近单烯烴混合在一起分离方法如下: 三取代基的单烯烴同 1~6 碳原子的伯醇有选择性的醚化反应, 由未反应烴类中分离伯、叔、醚, 再用强酸作催化剂分解, (催化剂的选择可以选用固体磷酸或者磺酸型固体聚苯乙烯树脂) 分解温度 100~400°F 就可以回收三取代基的单烯烴及 1~6 碳原子的伯醇。

1959.5.4

1964

3, 121, 671 202—52 03215

高純度六亞甲二胺的生产

用精餾法在塔压 25 到 100 毫米汞柱精餾六亞甲二胺时, 由于分解作用將連續产生氨。在塔頂回流溫度是 55°~70°C 时, 塔頂餾液中(六亞甲二胺)含有 40~100 ppm 的氨。專利提出在靠近塔頂, 回流溫度在 85°~115°C 处, 氨只含有 10 ppm, 可在此引出六亞甲二胺隨即冷却至 55°C。

1961.4.26 1964

3, 121, 728 260—413 03216

由大环烷醇制一元羧酸

由通式为 $(RR'C)_n \text{CHOH}$ 之环烷醇加苛性碱, 在 250~375°C 反应, 生成同碳原子数之羧酸。式中 R, R' 为 $C_1 \sim C_{25}$ 之烷基, n 为 2~30。

1960.5.20 1964

3, 121, 733 260—465.2 03217

由內酯制 ω -羧酸腈*

在 200~450°C, 于酸性脱水催化剂存在下, 以內酯 $(CH_2)_x \text{CO}$ 与氨作用而得經基腈 $HO-(CH_2)_x \text{CN}$ 。

X 为 3~7。

* 原文标题羧酸腈, 恐系經基腈之誤——譯者

1959.8.17 1964

3, 121, 734 260—465.7 03218

1,2-二氯基-1,2-二氟乙烯的制法

一卤代氯乙腈在 600°~1000°C 的溫度下加热可制得 1,2-二氯基-1,2-二氟乙烯。

1960.12.30 1964

3, 121, 735 260—465.7 03219

一氯乙腈的生产

一氯乙腈的生产方法如下: 預热到乙腈气化溫度, 加氯化剂(一般氯化剂的选择可用氯气, 光气, 硫酰氯)配比 3 分子乙腈: 1 分子氯化剂經過反应器保持湍流状况, 反应溫度在 300~500°C 总的停留時間不超过 20 秒然后回收一氯乙腈。

1961.1.5 1964

3, 121, 743 260—562 03220

N-芳基乙酰基-乙酰胺的生产

在生产 N-芳基乙酰基-乙酰胺的方法中, 包括芳基胺与二乙烯酮的反应。其改进方法包括以下两个步骤:

(a) 迅速地把芳基胺和二乙烯酮混和;

(b) 混和后, 維持溫度在 50~80°C 之間。

1961.8.9 1964

3, 121, 744 260—577 03221

N-(卤代烷基)胺的制法

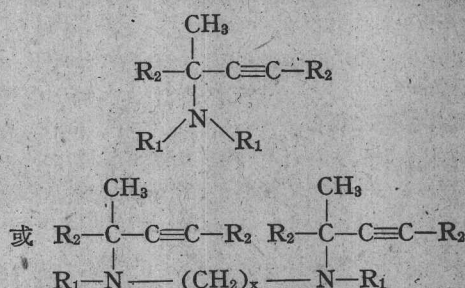
系使由碳、氫、氮和至少含一个胺基的烷基胺或芳基胺在 Zn-Cu 催化剂存在下, 与等克分子比的多卤代烷反应。此催化剂乃由 8:1 的鋅粉和氧化銅在氫气流中加热至 500°C 而成。

1959.9.21 1964

3, 121, 747 260—583 03222

炔基叔胺之氫化法

系在 0°~200°C, 常压 ~1000 磅/吋² 表压, 和中性到碱性介质等条件下, 以鉑, 鈀或鎳为催化剂, 使炔基叔胺:



与氫反应而氫化。R₁ 为 $C_1 \sim C_6$ 之烷基或 $C_5 \sim C_6$ 之环脂基; X=2~8; R₂ 为 $C_1 \sim C_{10}$ 之烷基等或 $-\text{CH}_2-\text{OR}_3$, 而 R₃ 是 $C_1 \sim C_{10}$ 之烷基。

1960.8.12 1964

3, 121, 749 260—584 03223

含氧的烷基化的三(經甲基)-氨基甲烷

三(經甲基)氨基甲烷的二元醇醚的同系列共生混合物, 是由三(經甲基)氨基甲烷在烷氧化条件下接連地与环氧丁烷, 环氧丙烷和环氧乙烷作用制得。本專利規定各种环氧原料的比例(附图)。

1959.11.13 1964

3, 121, 751 260—615 03224

淨化的原甲酸酯之生产方法

甲酰氨基低烷基酯之盐酸盐与低級醇在 pH3 以下, 并在卤代烷溶剂中反应, 生成原甲酸酯与氯化銨。产品酯由溶剂中分离后含对称-三嗪在 0.05% 以下。

1959.10.6 1964

3, 121, 753 260—651 03225

卤苺基取代的多卤丁二烯

本專利叙述卤苺基五氯-1,3-丁二烯。

1960.12.27					
3, 122, 534	260—209	03226	1964	3, 122, 586	260—586 03232
直鏈淀粉衍生物					
系在碱性水溶液中,使直鏈淀粉发生醚化,其取代度不超过 0.20,以稀酸中和反应混合物,再加入硫酸盐,使直鏈淀粉醚沉淀,再分离并用水洗至基本无盐为止。若醚化时取代度 >0.05 而 <0.20 时,經過同样步骤,可得能溶于 $<100^{\circ}\text{C}$ 水中的可溶性直鏈淀粉醚。					
1959.1.28			1964	1958.7.22	1964
3, 122, 550	260—268	03227	1964	3, 122, 587	260—593 03233
N-羟甲基化合物					
本专利叙述单-N-羟甲基二乙烯二胺的生理上无毒酸的加成盐。					
1962.6.28			1964	3, 122, 588	260—601 03234
3, 122, 566	260—345.7	03228	1964	醛的制法	
于 $250^{\circ}\sim 500^{\circ}\text{C}$,以磷酸鋰和磷酸鉀等为催化剂,使环氧					
化合物 $\text{CH}_3-\overset{\text{R}}{\underset{\text{R}}{\text{C}}}-\overset{\text{O}}{\text{CH}}-\overset{\text{R}}{\text{C}}-\text{CH}_3$ 发生异构化,其主要 $\begin{array}{c} \text{R} \quad \text{CH}_3 \\ \quad \\ \text{CH}_3-\text{C}-\text{C}-\text{CHO} \\ \quad \\ \text{R} \quad \text{R} \end{array}$ 产物是醛 $\text{CH}_3-\overset{\text{R}}{\underset{\text{R}}{\text{C}}}-\overset{\text{CH}_3}{\text{C}}-\text{CHO}$ 其中 R 为 $\text{C}_1\sim\text{C}_4$ 之					
1958.8.21		1964	烷基。		
3, 122, 569	260—348.5	03229	1960.5.31	1964	
用过氧化氢使烯类化合物在金属氧化物之过氧酸与胺存在下进行环氧化					
含有 3~15C 之烯类不饱和醇加金属氧化物之过氧酸为催化剂,在含 15C 以下之水溶性胺存在下以 H_2O_2 反应,生成环氧化物。					
1957.5.14		1964	3, 122, 591	260—656	03235
3, 122, 583	260—531	03230	由 1,2 二氯乙烷制氯乙烯		
1,2 二氯乙烷加石灰水,在 90 磅/吋 ² 压力下和 125°C 时反应,由气体产物中分离氯乙烯,未反应原料重返反应器。					
二氨基庚二酸的制法					
本法用亚烷基二醛加氧化鈉及碳酸鈉构成亚烷基双乙内酰胺,然后,水解得到对应的二氨基烷基烯二羧酸。					
1959.5.26		1964	1957.4.4	1964	
3, 122, 584	260—542	03231	3, 123, 619	260—333	03236
甲酸铵的制备					
制备方法如下:在水溶液介质中加氨水解甲酸甲酯,以强酸作催化剂, pH 保持不超过 4.5,得到的混合物,含有甲酸铵和甲醇,沒有其他副产品,分离后即得甲酸铵。					
1960.11.8		1964	半缩酮之制法		
结构式为 $\text{R}_1-\overset{\text{OH}}{\underset{\text{C}}{\text{C}}}-\text{R}_2$ 之半缩酮,式中 R_1 及 R_2 为亚 $\begin{array}{c} \text{OH} \\ \\ \text{C} \\ \\ \text{C} \\ \\ \text{C} \end{array}$ 烷基(具有 2~9 个碳原子),系由结构式为 $\text{R}_1-\overset{\text{C}}{\underset{\text{C}}{\text{C}}}-\text{R}_2$ 的不饱和化合物(式中 R_1 和 R_2 与上述相同)在强的无机酸存在下温度为 $-20\sim +45^{\circ}\text{C}$ 与过氧化氢作用而					

— 8 —

制得。

1963.2.25 1964

3, 123, 626 260—409 03237

脂肪和脂肪油之选择性氢化

在 100~400°F 及 10~150 磅/时²压力下, 液体空速为 0.1~4, 使食用脂肪和脂肪油通过一含镍和硫的固体氢化催化剂之固定床, 可使其连续进行选择性氢化。

1960.9.30 1964

3, 123, 627 260—409 03238

脂肪的氢化

不饱和的脂肪酸及其酯类的加氢方法: 减压加热上述脂肪族物以除去其中的水份, 再进入一温度在 50~240°C 的催化加氢装置中。催化剂为载负在硅胶上的镍, 反应器中氢的压力从常压到 4000 磅/时², 氢和脂肪酸物的分子比是 0.3:1 到 30:1。

1962.7.20 1964

3, 123, 635 260—537 03239

用搅动作用稳定己二酸结晶的大小

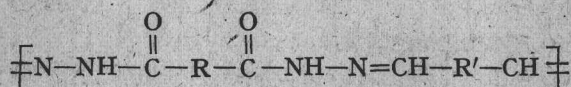
稳定制备己二酸结晶的方法: 原料己二酸有 17~34% 细粉通过 100 目筛, 促使结晶彼此碰撞, 使 63~66% 通过 100 目筛, 当粒度不再有变化时, 然后按粒度分级。

1960.11.14 1964

3, 124, 559 260—72 03240

由二醛和二酰肼制取的聚合物

由通式



为结构单元所构成的长链聚合物, 具有 180°C 以上的熔点, 其中 R 是二价烃基, R' 是一价或二价的烃基。

1960.6.22 1964

3, 124, 562 260—91.3 03241

聚乙烯醇的制备

由聚乙烯酯制备聚合度 100~1500 的聚乙烯醇的方法, 在含碱性皂化催化剂和少量而有效的氧化剂 (如高碘酸等) 的介质中同时发生皂化和降解制得。

1960.4.20 1964

3, 124, 578 260—248 03242

制备环三甲撑三硝胺的方法

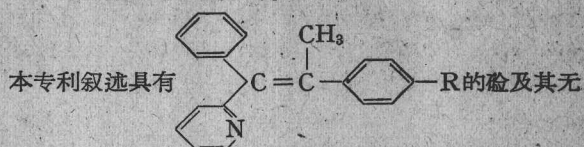
制备环三甲撑三硝胺的方法, 是把铵、甲叉氨基磺酸盐和无水硝化剂 (如含三氧化硫之硝酸, 含五氧化氮之硝酸或

硝酸-硫酸混合物), 在排斥水的状态下在 -30°~30°C 之间反应, 然后分离生成的环三甲撑三硝胺。

1961.9.19 1964

3, 124, 585 260—290 03243

1-(2-吡啶基)-1-苯基-2-芳基丙烯



毒性酸的加成盐, 式中 R 是氢, 巯基, 烷硫基或烷氧基。并列举 1-2-吡啶基-1, 2-二苯基丙烯的制备法。

1961.6.19 1964

3, 124, 596 260—327 03244

烷撑三硫代碳酸酯的制法

系于 5~250°C 和能使反应剂保持液相的压力下, 以三烷

基胺为催化剂, 使环氧化烷

和

和过量二硫化碳相作用而得。R,

R₁ 和 R₂ 可分别为氢, C₁~C₁₀ 烷基和苯基等, R₁ 和 R₂ 可同为环己基, X 为氢和 C₁~C₁₀ 烷基等。催化剂用量为反应剂总重量的 0.1~10%。

1958.11.10 1964

3, 124, 599 260—845.8 03245

1, 6-二醋酸基-2, 5-二甲基-2-己烯; 1, 2, 6-三醋酸基-2, 5-二甲基己烷; 及 2, 5-二甲基四氢吡喃-2-甲醇醋酸酯的制备法

2, 5-二甲基四氢吡喃-2-甲醇, 醋酐及 Lewis 酸或无机强酸催化剂的混合物, 在 140~160°C 加热可得题列化合物的混合物。

1959.5.13 1964

3, 124, 602 260—410.6 03246

不饱和羧酸的脂肪族酯类的制法

一分子甘油和 15~17 分子环氧乙烷在缩合催化剂存在下缩合, 再将 1.3~2.15 份上述缩合液和一份选自油酸, 亚油酸, 亚麻酸或松香酸之一的羧酸酯化, 就可得到一种非离子型、水溶性物质。

1961.12.26 1964

3, 124, 612 260—555 03247

尿素结晶

一种获得尿素结晶产品的方法, 它主要是由有高缩二脲

素含量的濃尿素溶液分离出。将这种溶液加热到 200°F, 再逐渐升至此溶液的沸点。然后驟冷到 135~185°F 左右, 因而由溶液中获得約 27% 的尿素結晶, 这是很好的尿素結晶产品, 将此溶液和結晶輸入貯槽中, 并停留 1/2~2 小时使結晶长到最大的尺寸, 但大于 20 目者不应多于 2%, 然后将結晶分出、干燥和回收。此尿素結晶中縮二脲素含量不超过 0.04%。

1962.6.13 1964

3, 124, 614 260—586 03248

2-取代环己酮之制备

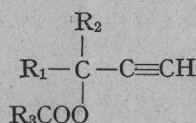
在 100~300°C 和 ≥ 3 大气压, 以活性鋁为催化剂, 使仅有邻位烷基取代的一元酚催化氫化成 2-烷基环己酮。

1958.4.7 1964

3, 124, 620 260—652.5 03249

1,4-二氧六圈及炔醇酯对氯代烃类之稳定作用

系由四氯化碳及少量的 1,4-二氧六圈及結構式为



的化合物組成的混合物对氯代烃有稳定作用。式中 R_1 为 $C_1 \sim C_{12}$ 之烷基或 $C_6 \sim C_{12}$ 单环芳基; R_2 为甲基或乙基; R_1 和 R_2 与相邻的碳原子組成 $-C_3 \sim C_8$ 环烷基; R_3 为氫及較低之烷基。

1961.5.1 1964

3, 124, 621 260—666 03250

环辛二烯的异构化

非共轭环辛二烯异构为順式共轭环辛二烯其法为以碱金属或碱土金属的氨基化物作为催化剂, 在 90~150° 胺溶剂存在下进行异构。

1961.6.19 1964

3, 124, 622 260—682 03251

由醛和炔制烯炔

在一种自由基引发剂 (有机过氧化物或在溫度和压力的反应条件下, 半衰期为 0.05~50 小时的有机偶氮化合物) 作用下, 由至少 C_2 的烷基醛和一种炔类 (乙炔或 $C_3 \sim C_5$ 的 α -炔烃) 反应制备烯炔。

1961.5.22 1964

3, 125, 414 23—166 03252

氨基磺酸

由脲素、硫酸、 SO_3 及 SO_2 在 55~110°C 混合, 加压反应而生成氨基磺酸, 以浆状混于 SO_2 中, 再使氨基磺酸与

SO_2 分离。

1962.2.19 1964

3, 125, 415 23—166 03253

氨基磺酸

由脲素、硫酸、 SO_3 与氯磺酸在 60~95°C 反应而得。产品以浆状存在于氯磺酸中, 然后使氨基磺酸与氯磺酸分离。

1962.2.19 1964

3, 125, 556 260—91.3 03254

烷基化的聚乙烯醇制备方法

使 $C_2 \sim C_4$ 的烯烴环氧化合物与乙烯醇及催化剂在較高溫度下接触可得題列化合物。上述催化剂是氨或氨与醇胺的混合物。

1961.4.27 1964

3, 125, 585 260—346.3 03255

二环-(2,2,2)-辛-(7)-烯-(2,3,5,6)四羧酸二酐的制法

上述化合物制法是将 2 克分子順式丁烯二酸酐和 1 克分子 1-氯丁二烯在 200~220°C 溫度下反应而得。

1962.3.20 1964

3, 125, 593 260—410.9 03256

乙烯酯类的制法

于 150~300°C, 以碳原子数小于 5 的羧酸鋅盐作催化剂, 使 $C_5 \sim C_{30}$ 的羧酸和醋酸的液相混合物与乙炔相接触反应, 从而得此羧酸之乙炔酯。

1961.8.29 1964

3, 125, 594 260—448.2 03257

卤代有机化合物的制造法

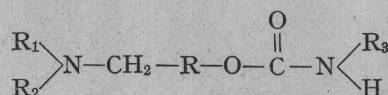
金属和碳之間沒有直接鍵的鏈状或环状有机卤代物的制法, 它是由具有 $M_x(CO)_y(R'C_2R'')_z(B)_w$ 式的金属有机物与卤代剂作用得到, 上式中 M 代表周期表中第 VI, VII, VIII 族的变价金属, B 代表氫, 汞, 卤素, 烴基, 芳基或酰基, x 的数目从 1 到 4, y 从 1 到 10, z 从 1 到 6, w 从 0 到 4。

1960.3.31 1964

3, 125, 598 260—471 03258

二烷基胺基芳基氨基甲酸酯

本专利叙述通式为



的化合物, 式中 R_1 和 R_2 是低級烷基, R_3 是苯基或氯苯基, R 是二甲基次苯基或萘基。

1959.11.30		1964	使液态烃与一银盐水溶液相接触,而分离出其中烯烃。改进之处在于:加入适量五价钒离子以防止银离子还原,且加入适量氢氟酸以维持溶液中之钒离子含量。
3,125,600	260—537	03259	1962.5.9 1964
生产己二酸的方法			
生产己二酸的方法是,用浓度 30~70% 的硝酸溶液,在 0.01~0.5% (以硝酸溶液的量计) 的铜盐和钒盐混合物的存在下,于 30~150°C 和 1 大气压到 500 磅/吋 ² 左右的压力下,把 1-羟基环己烷羧酸甲酯氧化。然后用结晶的方法从硝酸溶液中分离出己二酸。			
1960.1.18		1964	
3,125,605	260—635	03260	
醇类之制法			
二元醇之制备,系由醛基羧酸(由 OXO 法用 18~22 碳原子之烯烃为原料而来)与溶解于水的低级醇(至少含 2 个碳原子)加氢用铜铬氧化物为氢化催化剂,在温度大约 150°C 及压力 700 磅/吋 ² 下反应制得。			
1958.9.10		1964	
3,125,606	260—644	03261	
硝仿及其盐类的制造			
每克当量四硝基甲烷与至少 2 克当量亚硝酸之轻金属盐类反应可得题列化合物。			
1959.1.12		1964	
3,125,607	260—656	03262	
氯乙烯提纯法			
将含有少量丁二烯的氯乙烯在液相和氯在 -20~0°C 紧密接触。氯和丁二烯的克分子比是 1:1 到 5:1。			
1960.12.22		1964	
3,125,608	260—656	03263	
氯乙烯提纯法			
此法是将含有少量丁二烯的氯乙烯和氢在温度为 60°~250°C 下通过由周期表第八族金属载于惰性载体上的催化剂,这样回收的氯乙烯可基本上不含丁二烯。			
1960.12.22		1964	
3,125,609	260—656	03264	
氯乙烯的净化			
含有少量丁二烯的氯乙烯的净化法:在 25~350°C 温度范围内,使氯乙烯蒸汽与载在表面积很大的物质上的氯化铜接触,由此得到的氯乙烯可不含丁二烯。			
1960.12.23		1964	
3,125,611	260—677	03265	
用于五价钒离子所改进的银盐分离烯烃法			
使液态烃与一银盐水溶液相接触,而分离出其中烯烃。改进之处在于:加入适量五价钒离子以防止银离子还原,且加入适量氢氟酸以维持溶液中之钒离子含量。			
1962.5.9		1964	
3,125,612	260—683.15	03266	
聚异丁烯的制法			
平均分子量从 1,000 到 1,600 的聚异丁烯的制法:含异丁烯 50~65% 的碳氢化合物的混合物,在温度为 -5 到 -10°F,三氯化硼,(用量为混合物总量的 0.025 到 0.4%) 时聚合,停留时间约为 45 到 55 分钟。			
1961.3.29		1964	
3,126,366	260—125	03267	
全氟丙烯和十氟化二硫的反应			
在加压下加热全氟丙烯和十氟二硫可制成一种具有高沸点和热稳定性的含有碳、硫和氟的化合物。			
1962.4.24		1964	
3,126,383	260—268	03268	
回收不含烷基胺的乙二胺和哌嗪			
在将单乙醇胺或乙二醇用催化还原胺化法来制取哌嗪时,产物含有哌嗪、乙二胺、水和副产烷基胺,反应混合物分段加水蒸馏可回收乙二胺和哌嗪。			
1958.11.3		1964	
3,126,405	260—455	03269	
含硫有机酯化合物之制备			
1. 分子式为 $C_2H_5OC-SCH_2\overset{\overset{O}{ }}{C}CH_3$ 之乙基黄原基甲 $\underset{\underset{S}{ }}{S}$ 醇醋酸酯。			
2. 分子式为 $(CH_3)_2NCSCH_2\overset{\overset{O}{ }}{C}C_6H_5$ 之二甲基二硫代 $\underset{\underset{S}{ }}{S}$			
氨基甲酰甲醇苯甲酸酯。			
1959.7.17		1964	
3,126,406	260—455	03270	
硫代胺基甲酸的烷氧酯			
化合物之通式为 $R_1OR_2-S-\overset{\overset{O}{ }}{C}-N\begin{matrix} R_3 \\ R_4 \end{matrix}$ 的制法。式 中 R_1 和 R_2 是低级烷烃基, R_3 , R_4 系选自低级烷烃基, 烯烷基或环烷基及类似的氯化物。			

1961.10.18 1964

3, 126, 407 260—465.3 03271

脂肪族脞的制法

在由丙烯、异丁烯或 2-丁烯与氨和氧气作用以制备脂肪族脞的过程中, 专利介绍了利用正磷酸铜, 偏磷酸铜, 三聚磷酸铜, 酸式磷酸铜或焦磷酸铜为催化剂, 在 250 到 550°C, 近乎大气压下反应, 接触时间最多 15 秒, 氨、氧和烯烃单体的分子比为 0.3 比 5 和 0.1 比 5。

1960.12.30 1964

3, 126, 408 260—465.9 03272

丙烯脞之纯化

含有炔类杂质的丙烯脞, 先以亚铜盐为稳定剂进行蒸馏, 将丙烯脞蒸出, 如此可除去大部分炔类, 然后加无水 $AlCl_3$ 以使残余之炔类反应, 再加入 Cu_2Cl_2 , NH_4Cl , NH_4OH 与水形成铜氨络合物脱炔之纯丙烯脞, 以恒沸混合物由水溶液中蒸出。

1961.2.1 1964

3, 126, 418 260—644 03273

硝基环己烷之精制

精制硝基环己烷的方法, 系将硝基环己烷溶解于液氨介质中, 使酸式硝基环己烷之铵盐沉淀。然后从液氨中分离铵盐, 将盐分解后, 即可回收再生的硝基环己烷。

1962.8.13 1964

3, 126, 419 260—662 03274

甲烷之部分氯化反应

氯气、甲烷和四氯化碳稀释剂通入一温度为 350~550°C 的第一反应器, 而生成含有未反应甲烷、氯化氢, 四氯化碳和部分氯化产物(氯仿, 二氯甲烷等)的气体反应产物, 将其冷至 -25°C 以下, 使四氯化碳和部分氯化产物冷凝析出, 其余气体与添增之氯气和四氯化碳相混合, 再通入温度亦为 350~550°C 之第二反应器, 生成同样产物, 同样经过冷凝, 又可得部分氯化产物。

1960.9.26 1964

3, 126, 426 260—683.3 03275

丁烷脱氢

丁烷脱氢制丁烯, 系将丁烷在温度约 900~1200°F 并加入氢与一煅烧过的催化剂而制得。(催化剂之组成由含少量 Pt 及原子序为 3~55 的碱金属含量在 5~20% 以上附于 Al_2O_3 之载体上)。

1960.5.11 1964

3, 127, 240 23—166 03276

氨基磺酸的制法

氨基磺酸是以硫酰氨为惰性溶剂介质, 由尿素、硫酸和三氧化硫进行反应而得。

1962.2.19 1964

3, 127, 395 260—239.3 03277

从贝克曼重排反应混合物中分离内酰胺的方法

从含有浓 H_2SO_4 的混合物中回收内酰胺的方法是, 用大大过量的无水液氨处理混合物, 分离固相硫酸铵和富于内酰胺的液相, 从后者分离出 NH_3 , 再循环使用(附流程图)。

1962.3.7 1964

3, 127, 411 260—307 03278

N-羧基甘氨酸酐的制备方法

制备方法如下: 把苯氧基羰基甘氨酸与亚硫酰氯充分拌匀使溶解, 在 0~100°C 内进行闭环反应, 冷却混合物, 得到纯 N-羧基甘氨酸酐针状结晶收率很高。

1962.5.18 1964

3, 127, 437 260—465.7 03279

有机卤代硝酸酯类和制备方法

将具有 1 至 3 个烯键和 18 个以下碳原子的化合物与卤代硝酸盐在 0°C 以下于惰性溶剂中反应制得。

1960.10.17 1964

3, 127, 438 260—468 03280

异构链烷烃和一氧化碳制酯

由十氯化萘、直链烷烃和环烷烃之一为原料, 加一氧化碳和单烯烃(或烷基卤化物)与无水氢氟酸在 10~200°F 及维持反应物为液体的压力下反应, 反应产物与醇接触分离酯类。

1959.4.6 1964

3, 127, 443 260—534 03281

氨基酸之脱色

由卤代羧酸氯化所得之氨基酸含有色杂质, 通过强碱性季胺型离子交换树脂而使之脱色。

1958.11.21 1964

3, 127, 450 260—611 03282

缩酮之制备

在一能与甲醇形成共沸物之有机液体存在下, 于 0~120°C 和酸性时, 使缩二甲酮 $(R')_2C=(OCH_3)_2$ 与 ROH 反应而得 $(R')_2C=(OR)_2$ 和 $(R')_2C=(OCH_3)(OR)$, R' 为 1C~6C 之脂族烃基、环脂基或芳基。

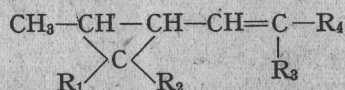
1959.3.2 1964

3, 127, 451 260—638 03283
醛类羰基合成所得之醛转化为醇
 C_nH_{2n} 烯烃与一氧化碳和氢气在钴或钨催化下生成饱和醛和不饱和醛之混合物; 此混合物又以硫化铜等为催化剂在 2000 到 4000 磅/吋², 350°~400°F 接触 6 小时, 使不饱和醛变成饱和醛; 然后用同样催化剂, 温度提高到 450 到 525°F, 使醛变成含 $2n+2$ 个碳原子的醇。附有流程图。
 1960.1.25 1964

英 国

938, 831 2(3) 03284
羰基化合物的制造
 由烯烃与分子氧及催化剂在中性到酸性介质中反应可制得羰基化合物。催化剂包括有水, 铂, 钨, 钼, 铈的化合物和一种氧化还原系统物质。烯烃与氧可在一个反应区域中反应, 或者烯烃先与催化剂反应, 而催化剂与分子氧的再生过程, 在另一区域中进行。
 1959.10.5 1963

940, 140 C2c 03285
 β -环丙烷丙烯酸
 β -环丙烷丙烯酸及其衍生物的制备是由 4, 5, 二卤代己烯-2-酸式功能衍生物与化合物 $H_2CR_1R_2$ (其中 R_1R_2 是酸性基团; 即 COOR, COR 或 CN, R 为烷基) 作用。反应在碱性聚合剂存在下进行, 新化合物包含酸的结构:



(R_3 是 H 或烷基, R_4 是 CN 或 COOR)

1961.1.27 1963

940, 241 C2c 03286
酯的制备方法
 醇与羧酸或酸酐在氯化亚铜, 硫酸亚铁或硫酸亚锡催化剂存在时在高温反应, 可得无色的酯。反应最好在有少量硫酸或磷酸存在时进行。专利中例举 C_{1-9} 烷基醇与邻苯二甲酸酐的酯化过程。
 1961.6.14 1963

940, 246 C2c 03287
多元醇的部分缩水甘油醚的制法
 多元醇与环氧氯丙烷 (多元醇一个羟基至少用一分子环氧氯丙烷), 在铈金属氢氧化物存在时加热至 50~150°C 使进行反应可得醚列化合物。参照美国专利 2, 898, 349。
 1961.4.18 1963

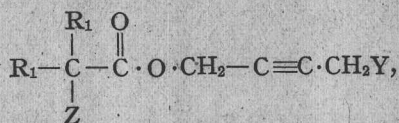
940, 255 C2c 03288
环脂族羧酸
 环十二烷羧酸, 熔点为 121°C 环十二-1-烯羧酸及顺式和反式环十二-2-烯羧酸是新型环状羧酸。环十二酮的钠衍生物与乙基碳酸酯反应生成乙基-2-氧-环十二烷羧酸, 然后用铈金属的硼氢化合物在氢氧化钠存在时处理生成 2-羟基-十二烷羧酸, 脱水后可得不饱和羧酸。不饱和酸加氢后可得环十二烷羧酸。
 1962.1.5 1963

940, 284 C2c 03289
甘油的制备
 丙烯醇在水溶液中用氯进行次氯酸化生成甘油氯醇, 然后用碳酸钠在 200~240°C 加热水解。在蒸发水份及分离生成的盐后, 可得无水甘油。
 1961.12.1 1963

940, 381 C2c 03290
二烷基亚砷的制备法
 三烷基铝在惰性有机溶剂中与亚硫酸氯在惰性气存在下反应, 温度维持在 -25~100°C, 然后使温度维持在 0~100°C, 水解反应产物, 冷却至 100°C 以下, 即可回生成亚砷。
 1960.6.15 1963

940, 494 C2c 03291
三氯乙烯
 用于油漆溶剂的三氯乙烯, 当加入 0.05~1 重量% 的甲基丙烯酸酯时可使稳定。而丙烯酸酯则不是可回收的稳定剂。
 1962.1.25 1963

940, 540 C2c 03292
氨基炔属衍生物的制备法
 1-丙炔-3-醇 $R_1R_2ZC \cdot COOCH_2C : CH$ 与甲醛和 HY 或 $R_1R_2ZC \cdot COX$ 与 $R_6 \cdot O \cdot CH_2C : C \cdot CH_2Y$ 反应可得如下结构的氨基炔属衍生物:



式中 R_1 是苯基, 苄基, 环己基或 α -噻吩基, R_2 是苯基或苄基, Z 是 H, OH, CH_3O , C_2H_5O 或 CH_3S , Y 是二烷基胺基, 吡啶基, 吡咯烷酮基或吗啉基, X 是卤素或烷氧基, R_6 是乙酰基, 乙酰基或丙酰基。
 1961.7.25 1963

940,969	C2c	03293	941,498	C2c	03299
二苯基氯甲烷的制备法			羧基丁烷酸的制备方法		
熔融二苯基甲烷在光照射下,于 50~200°C 用氯气直接氯化可得题列化合物。产品经除去反应气体后,在减压下分馏可得纯产品。			丙烯酸与亚硫酸氢钠在水溶液中反应,加入 CN^- , CO_3^{2-} 和 NH_4^+ 使生成中间体,水解和酸化后可得题列的酸。专利附详细制备方法。		
1962.8.27		1963	1961.8.31		1963
941,016	C2c	03294	941,563	C2c	03300
醇类的合成			α-卤代胺		
属于第 1,2 及 3 族的金属烷氧基或芳烷氧基化合物,在表面活性剂存在下水解,得醇类,表面活性剂的加入能加速水解的进行,可用阳离子,阴离子及非离子型的活性剂,例如 $\text{C}_{14}\sim\text{C}_{18}$ 烯烴,烷基铅与 0.1% $\text{C}_{14}\sim\text{C}_{18}$ 仲烷基磺酸酯的水溶液回流加热,得 $\text{C}_{14}\sim\text{C}_{18}$ 醇类。			$\text{R}_1\text{R}_2\text{NCHX}\cdot\text{Hal}$ (其中 R_1, R_2 是烷基或苯烷基,或 NR_1R_2 是饱和的六环系的取代基, X 是氢或脂族,芳族烃基, Hal 是卤素)的制备,可由一个氨基化合物 $\text{R}_1\text{R}_2\text{NCHX}\cdot\text{Y}$ (其中 Y 是 NR_3R_4 或 OR_5 , R_3R_4 与 R_1R_2 相同, R_5 是脂族或芳族烃基)在醚、二噁烷等惰性溶剂中,与无机酸卤化物作用可得题列化合物。参照专利 923,855。		
1960.9.28		1963	1960.12.15		1963
941,109	C2c	03295	941,642	C2c	03301
氰乙基化反应			甲醛的制备法		
伯或仲芳香胺与丙烯腈,在水溶液介质中,用此胺的盐类为催化剂,进行氰乙基化反应,如由苯胺,水,盐酸,丙烯腈及氢醌,回流加热。冷却后,盐析,分出产品。			粗甲醇先经蒸馏以除去沸点低于甲醇的化合物及存在的铁的羰基化合物。然后使甲醇用金属银催化剂脱氢可得甲醛。上述蒸馏在 2~20 块塔板的塔内进行,回流比为 1:10。		
1962.7.25		1963	1962.2.6		1963
941,144	C2c	03296	941,662	C2c	03302
氯化化烃的制备方法			己二酸的制备法		
氯代烃与氯化钠在一种或多种金属氯化物的 (FeCl_3 , ZnCl_2 或 $\text{NaCl}+\text{FeCl}_3$) 熔盐中反应,可得氯化化烃。例如 CCl_4 蒸气与 N_2 在 345°C 通过 $\text{NaF}+\text{FeCl}_3$ 熔盐时,可得 CCl_3F , CCl_2F_2 及 CClF_3 。如用 CHCl_3 可得 CHF_3 和 CCl_2F_2 。			环己烷在高温和液相用氧气进行氧化。从反应物中分去环己烷。然后,在 Mn, Co 或 Fe 催化剂存在下,用氧气氧化所得环己醇和环己酮的混合物可得己二酸。		
1962.8.3		1963	1959.12.23		1963
941,392	C2c	03297	941,949	C2c	03303
五氟硫代乙醚			新戊基多元醇二聚体		
2,2-二氯乙基硫代五氟化物在硷性条件下,即用无水氢氧化物回流生成 2-氯乙基硫代五氟化物,然后与钠甲醇反应生成 2-甲氧乙基硫代五氟化合物,然后用无机酸水解。可参照专利 941,393。			先制备有 $\text{C}_{1\sim 18}$ 脂肪酸与醇的部分酯,将酯在酸性脱水催化剂存在时加热,以分出醚化的酯,而生成酯与所需二聚体(二季戊四醇)的混合物,用 $\text{C}_{1\sim 18}$ 一元醇与混合物共热以得第二混合物(含多元醇,二聚体和一元醇的酯)。从此混合物中回收二聚体。		
1962.5.2		1963	1960.6.17		1963
941,393	C2c	03298	941,951	C2c	03304
五氟硫代乙酸的制备法			醛和酮的制备方法		
五氟硫代乙醚 $\text{SF}_5\cdot\text{CH}_2\text{CHO}$ 在酸性条件下,用硫酸酸化的过锰酸钾氧化或用过氧化氢氧化可得五氟硫代醋酸 $\text{SF}_5\text{CH}_2\text{COOH}$ 。参照专利 941,392。			在不饱和碳原子上至少有一个氢的烯烴与 H_2O_2 在 Pd, Pt, Ru 盐等催化剂及无机酸存在时反应,可得醛或酮。温度不超过 50°C。本法可使乙烯氧化乙醛,丙烯氧化为		
1962.5.2		1963			