

国外專利文献题解

有机合成



5

上海市石油化学研究所主編

008734

說 明

目前,全世界专利文献的积累总量已达一千万件以上,其中美、英、西德、法、日五个主要资本主义国家每年出版的专利文献约有十七万件,占全世界每年公布的专利文献的二分之一左右。为了便于有关专业的科技人员了解和查找上述五国的专利文献,我们特编辑出版“国外专利文献题解 有机合成”分册。对每一专利除译载其题录外,并将其主要内容概括成题解一併予以报道,使读者在几个同题录间能够分别其不同特点获知专利的主题内容。兹将本分册的有关事项分别说明如下:

1. 资料收集的国别范围: 美、英、西德、法、日等五国专利。
2. 资料所属的年份: 1964 年 7~9 月。
3. 目录的编排次序: 目录的编排先按专题进行分类,在同一类别下期按专利流水号顺序排列。
4. 外文原题从略。
5. 每一专利报道的顺序说明:

专利流水号	原分类号	分册连续序号
题录.....		
题解.....		
申请日期		批准年份

6. 本题解所引各国专利文献的摘要及说明书在国外文献室均有收藏,如欲参阅可逕赴上海长乐路 462 号阅览或申请复制。
7. 本分册编译协作单位: 上海高桥化工厂。
8. 重要更正: 本分册第 4 期资料所属年份: 1964 年 1~3 月应改为 1964 年 4~6 月。

由于这一项比较全面、系统的题解报道工作所涉及的专业面比较广、文种比较多、数量比较大,加以编译人员缺乏经验,容有谬误之处,至希读者指正。

国外专利文献题解

有 机 合 成

(5)

上海市石油化学研究所主编

*

上海市科学技术翻译馆出版

(上海南昌路 59 号)

上海印刷学校印刷

新华书店上海发行所发行

*

开本 787×1092 1/16 印张 4 字数 144,000

1966 年 2 月第 1 版 1966 年 2 月第 1 次印刷

印数 1—1,500

定价: 0.45 元

目 录

(1964 年 4~6 月)

一、脂肪族化合物

美 国	(1)
英 国	(7)
西 德	(15)
法 国	(20)
日 本	(27)

二、芳香族化合物

美 国	(36)
英 国	(40)
西 德	(43)
法 国	(45)
日 本	(48)

三、杂环化合物

美 国	(51)
英 国	(52)
西 德	(53)
日 本	(54)

四、金属有机化合物

美 国	(56)
英 国	(56)
西 德	(57)
法 国	(58)
日 本	(58)

五、其他

美 国	(59)
英 国	(60)
西 德	(60)
法 国	(61)
日 本	(63)

一、脂肪族化合物

美国

3, 140, 306 260—465 05229
脂族或芳族硫代和磺酰氯-和溴代烷膈之制法
系使 XCH_2CHCN 与 $R-S-M$ 或 RSO_2M 相作用而



分别生成
 $RSCH_2CHCN$ 和 RSO_2CH_2CHCN 。



X 为 Cl 或 Br, R 为苯基、苄基、苄基等, M 为碱金属。

1958.7.2 1964

3, 140, 311 260—488 05230
C₁₁ 醇及相应之醋酸酯

C₁₁ 醇及相应醋酸酯的混合物分别具有下列经验式:
C₁₀H₁₅CH₂OH 及 C₁₀H₁₅CH₂OCCH₃ 其红外光谱示于



图 3 中, 其物理常数如下在 0.7~0.8 mmHg 下沸点
73~100°C; n_D^{20} 1.4908; D_4^{20} 0.9300

1961.3.3 1964

3, 140, 320 260—653.6 05231
五氟碘乙烷

该法是将氧化汞, 液体氟化氢, 碘和四氟乙烯在比例为
0.5~1.5 克分子的碘和 0.5~0.7 克分子的氧化汞对 1
克分子的四氟乙烯和至少 4.1 克分子的氟化氢对 1 克分
子的氧化汞混合 (温度在 30°C 以下)。将此混合物放在
一密封的容器内, 加热温度约为 25~150°C, 在自生
的压力下进行反应, 然后从反应混合物回收得五氟碘
乙烷。

1961.5.23 1964

3, 140, 323 260—679 05232
烟类部分燃烧制乙炔等产品的方法

氧气同烟类部分燃烧后, 气体中含有乙炔, 然后把热气体
同矿物油接触, 分二次冷却, 第一次加入油量使温度下降
到 700~800°C, 第二次加入油再使温度不高于 200°C。这
二次冷却中间相隔时间不到百分之几秒 (用的矿物油沸
点是在 250°C 以上) 以免乙炔气分解。

1959.5.19 1964

3, 141, 026 260—346.8 05233

稳定之马来酸酐

无粉屑之薄片状马来酸酐之组份中, 至少有 99.5% (重
量) 之马来酸酐及至少有 0.07% 之邻苯二甲酸酐。

1960.11.15 1964

3, 141, 036 260—515 05234

熔融的苯甲酸加氢制备环己烷羧酸

熔融的苯甲酸在剧烈搅拌下与氢通过金属氢化催化剂在
温度 100~122.4°C (苯甲酸熔点温度) 压力 1~40 大气
压下氢化, 此时苯甲酸全部转化成环己烷羧酸。

1961.7.27 1964

3, 141, 037 260—533 05235

催化异构马来酸制取富马酸 (马来酸系由丁烯-2 氧化制
得)

由粗马来酸溶液异构化制取具有改进颜色之富马酸, 该
马来酸系以空气氧化丁烯-2 制得。本法之改进以 50~
2000 体积空气/体积溶液/小时, 吹入上述溶液中, 在 30~
90°C 下直到流出之空气中无醛为止。如此可在异构化前
使溶液脱气。

1961.3.3 1964

3, 141, 041 260—558 05236

制备取代的乙酰胺

碱金属与二苯基甲烷在转动研磨机中, 于 200° 以下研磨
反应得碱金属-二苯基甲烷, 再与 N,N-二 (低级烷基)-
氨基甲酰氯混合反应制得 N,N-二 (低级烷基)-二苯基
乙酰胺。

1962.6.6 1964

3, 141, 895 260—343.6 05237

γ-羟基丁腈和 γ-丁内酯的生产方法

生产 γ-丁内酯方法如下: (a) β-氨基丙腈和氢在催化剂
存在下加氢。催化剂是载于木炭上的钨, 载于硅藻土上
的镍, 铂或铜-铬等, 温度在 100°C 以下, 无碱存在, 直到
形成 γ-羟基丁腈, 氢压为 20~300 公斤/厘米²。(b) γ-羟
基丁腈在水和碱存在下水解。(c) 水解水溶液进行酸化。

1961.7.25 1964

3, 141, 896 260—348.5 05238

氧化铝催化剂存在时, 烯类用过氧羧酸的环氧化反应

烯类不饱和化合物与过氧羧酸,加其重量5%的催化剂(选自 $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 1\text{H}_2\text{O}$ 或 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$)在20~100°C反应。每克分子不饱和化合物至少耗用一克分子过氧羧酸。

1960.3.2 1964

3, 141, 902 260—465.3 05239

丙烯腈制备方法

氯化氮与丙烯在400~700°C反应制得丙烯腈。催化剂采用含1~100%一种以上的铅盐(钛酸铅、锡酸铅、锆酸铅)以及一种以上的铅、钛、锆的氧化物。

1961.3.17 1964

3, 142, 696 260—465.2 05240

由脂肪酸制取脂肪族二腈的方法

将脂肪族二元酸(如己二酸等)在熔化物中加热液化,然后与 NH_3 一起加入蒸发器中,以气相混合物进入,在有钼酸和磷酸混合物为催化剂的反应器中进行反应。改进方法可采用部分蒸发,而未蒸发的二元酸再循环加到熔化物中。

1959.12.10 1964

3, 142, 710 260—677 05241

丙烯的纯化

粗丙烯与氯化氢一起在100~120°C下通过以卤化汞浸渍在高活性而且多孔性的载体上的催化剂,得到的丙烯中可不含甲基乙炔及丙二烯。

1961.8.7 1964

3, 142, 711 260—678 05242

乙炔聚合催化剂及用该催化剂之聚合

使乙炔转变成乙烯基乙炔之非水催化剂体系由下述两部分组合而成:(1)氯化亚铜和含碳原子数小于6的伯、仲胺之盐酸盐溶于含6碳以下之无水液体羧酸酰胺中组成溶液,酰胺量 $\leq 30\%$ (wt%)。(2)乙二醇之单烷基醚,烷基含 $\text{C}_6\sim\text{C}_{10}$ 。将乙炔通入此催化剂中,可从排出气中收回乙烯基乙炔,并将催化剂分为两层,下层为溶于酰胺中之催化剂盐类,而从上层可分出烷基醚类和焦油。

1961.2.8 1964

3, 142, 712 260—68 05243

由间-二氧杂环己烷生产共轭二烯炔

间-二氧杂环己烷在高温下催化开环裂化得共轭二烯炔及甲醛。催化剂为磷酸与硼酸反应的干燥固体产物,系按磷对硼的分子比率1.5~1.6作用制得。

1961.3.23 1964

3, 142, 713 260—683.65 05244

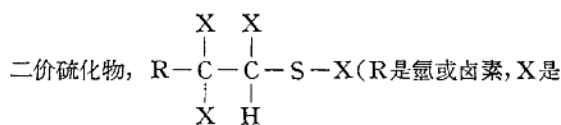
炔类之临氢异构化及所用催化剂之氧化再生

正构 $\text{C}_5\sim\text{C}_6$ 脂族炔之临氢异构反应,系使克分子比为0.5~5的氢与炔之混合物,于650~775°F和100~1000磅/吋²表压下,通过由0.01~1.0%第Ⅷ族贵金属载于酸性耐熔之混合氧化物载体上之催化剂。改进之处是将已使用一个时期发生钝化或难以恢复原先活性之催化剂,于650~950°F在干燥的氧气或氧与惰性气体混合气流中至少加热2小时,再于750~950°F纯氢中还原氧化了的催化剂,可重复用于临氢异构反应。

1958.12.16 1964

3, 144, 482 260—543 05245

二价硫化物的 α -位氯化作用

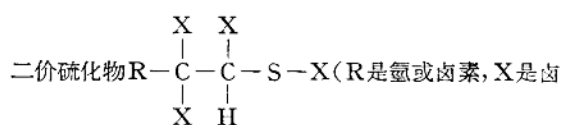


卤素)的 α -位置的氯化法:在-20~+50°C下,少量氯磺酸(与该硫化物的重量比为0.10~5.0%)存在下,该硫化物与氯气进行反应可在 α -位置进行氯化。

1960.9.12 1964

3, 144, 483 260—543 05246

二价硫化物的 α -位氯化



素)的 α -位氯化法:在-20~+50°C下和0.10~5.0%(以该硫化物的重量计)的硫酸(浓度70~100(重量)%)存在下,该硫化物与氯气进行反应时可在 α -位置上进行氯化。

1960.9.12 1964

3, 144, 486 260—583 05247

对称二烷基胂的制法

系(1)于40~100°C,使氯气与气态伯胺及气态羰基化合物相反应生成二氮丙啶(diaziridines),其克分子比为:伯胺:羰基化合物:氯=30~60:2~30:1。伯胺为甲、乙、正丙胺等。羰基化合物为丙酮,甲乙酮,乙醛等。(2)以水溶液形式分离出二氮丙啶,加入无机酸,使其转变为原来所用的羰基化合物和对称的二烷基胂盐。(3)将上述胂盐转变成对称二烷基胂。

1960.12.19 1964

3, 144, 488 260—597 05248

3-氯丁酮-2 和丁酮的制备

由正丁烯制备含有丁酮的 3-氯丁酮-2 的方法: 在 $95^{\circ}\sim 180^{\circ}\text{C}$ 下, 正丁烯与氯化铜(每升 0.8~2 克分子铜)和氯化钾(每升 0.005~0.05 克分子钾)的水溶液(氯化电势在 80°C 维持 330 毫伏以上)紧密接触, 以氧气进行氧化。从水溶液中分离出粗酮, 粗酮蒸馏时可使丁酮和 3-氯丁酮-2 分离。

1960.6.22 1964

3, 144, 490 260-618 05249

以铂和钌为催化剂时能加速萘类之氯化

将萘与含有微量氧之氯气, 在铂和钌催化剂存在时, 于反应温度下加氢可得相应之醇。

1960.10.31 1964

3, 145, 220 260-348.5 05250

利用间歇引发方式氧化烃类的方法

氧化由 $\text{C}_1\sim\text{C}_4$ 脂族烃、 $\text{C}_2\sim\text{C}_4$ 单烯烃、 $\text{C}_3\sim\text{C}_6$ 环脂烃或 C_{10} 以下芳烃所组成的烃类原料, 系使其与等克分子含氧气体相混, 预热至 $500\sim 1000^{\circ}\text{F}$, 并于 $20\sim 500$ 磅压力和线速 $10\sim 5000$ 呎/秒下连续通入反应室, 而形成湍流运动, 使新鲜原料至少与一部分所生成的氧化产物混合, 且在停留 $0.01\sim 10$ 秒后, 由反应室连续引出氧化产物。改进办法为: 在温度低于原料之氧化温度但至少等于下述引发剂氧化温度下, 引进由较易氧化的 $\text{C}_5\sim\text{C}_{10}$ 脂族烃, $\text{C}_5\sim\text{C}_{10}$ 单烯烃, $\text{C}_1\sim\text{C}_4$ 醇和 $\text{C}_2\sim\text{C}_6$ 羰基化合物等所组成的引发剂, 当烃类原料开始氧化后, 停止导入引发剂, 可使在无引发剂和低于原氧化温度情况下氧化烃类原料。

1960.11.8 1964

3, 146, 236 260-268 05251

三乙烯二胺的制造

系使含乙烯亚胺常温下之液体聚合物(或同时含少量乙烯亚胺与丙烯亚胺等共聚物)气化后直接通过一在高温下具有裂解活性的固体吸附催化剂, 而可得 $\text{N}(\text{CHRCHR})_3\text{N}$ 。使气态反应物以空速 $0.06\sim 0.6$ 通过催化剂颗粒, 构成的数个独立的绝热催化床, 在每一催化床进口之前有热交换器以调整其进口温度使其高于其前之各床, 并按一定方式调整各床之进出口温度及床中温度, 而可使其出口流体中含相当量的 $\text{N}(\text{CHRCHR})_3\text{N}$ 。式中, $4/6\text{R}$ 为 H 。 $2/6\text{R}$ 为 H 或 CH_3 。

1962.6.29 1964

3, 146, 258 260-465.9 05252

丙烯腈之精制

从丙烯腈中去除微量甲基乙烯基酮之方法, 系使丙烯腈

与强酸性氢型阳离子交换树脂紧密接触(此树脂曾用具有 1~3 碳原子之一元脂族醇洗涤, 并干燥, 以除去过量之脂族醇), 然后可回收丙烯腈。

1961.12.29 1964

3, 146, 277 260-677 05253

用分子筛分离烯烃

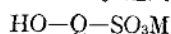
从烯烃气流中提浓和回收正构烯烃的方法, 系将孔径约 4.5 到 5.5 埃的结晶沸石分子筛与一沸点较烯烃为高的没有吸附作用的介质制成料浆, 将该料浆放入一吸附设备中, 烯烃气流通过时正构烯烃被吸附, 将该吸附有正烯烃的分子筛与一置换烃混合然后蒸馏解吸。解吸的温度要适当的降低以防止烯烃异构化及聚合物。附流程示意图。

1961.3.8 1964

3, 147, 301 260-485 05254

富马酸同马来酸的磺基酯类

富马酸和马来酸的单磺基及双磺基酯基, 磺基部分为羧基磺酸, 而酯化在羧基团上。通式



Q 指饱和脂肪烃和苯属芳香烃 ($2\sim 16\text{C}$) 的二价基团。

M 指氢, 碱金属, 碱土金属或铵离子。

1960.11.22 1964

3, 147, 303 260-543 05255

烷基磺酰氯的精制方法

含有烷烃的混合物 ($10\sim 20\text{C}$) 与 SO_2 和氯反应所得的烷基磺酰氯混合物, 与浓度至少在 80% 以上的硫酸, 或者发烟硫酸, 氯磺酸等(用量为混合物重量的 5~30%) 进行反应。温度控制在反应物分解与固化温度之间, 然后分离, 即得纯化。

1960.4.13 1964

3, 147, 312 260-678 05256

稀乙炔气体制单乙烯基乙炔的联合过程

从稀乙炔气体制单乙烯基乙炔用一具有选择性的水溶性有机溶剂, 先使乙炔从混合气体中分离出来, 再除去该溶剂, 然后通过氯化亚铜催化剂。专利介绍将该溶有乙炔的溶液, 逆流通过一经氯化亚铜催化剂可得到, 而主要是乙炔和单乙烯基乙炔的混合物。由此可以得到 (1) 不含有单乙烯基乙炔的乙炔气, 可直接循环使用。和 (2) 由单乙烯基乙炔和水溶有机溶剂组成的溶液, 经分离后, 该溶剂仍可用从混合气中提炼乙炔。附有流程示意图。

1961.1.9 1964

3, 148, 197 260-327 05257

硫化乙烯之生产法

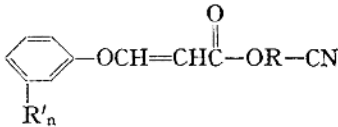
該法將硫氰酸鉀與 10~20% 克分子過量之乙上醇碳酸酯在 95~125°C 下反應而成。

1962.9.12 1964

3, 148, 204 260—465 05258

鹵化醚氧基酯

該化合物之結構式為:



其中 R 為 2~6 碳原子之二價亞烷基, R' 為鹵素 (氯、溴、碘), n 為 1~5 之整數。

1961.11.15 1964

3, 148, 218 260—601 05259

正丁醛在異丁醛混合物的選擇性縮合

正丁醛在液體異丁醛混合物里選擇縮合過程是在 α-乙基己酸鈷鹽參與下,加熱該混合物至 70~120°C 而進行。

1955.6.20 1964

3, 148, 227 260—679 05260

由含氧有機物質製備不飽和烴

用木質素、木質纖維素和醣類在惰性氣氛下,於 >1000°F 保持 10⁻⁴~10 秒,反應物急冷後分離後可得乙烯和乙炔等不飽和烴。

1961.5.4 1964

3, 148, 228 260—683.3 05261

飽和烴類的脫氫作用

C₁₀~C₂₀ 正構飽和烴的脫氫過程如下:將烴類(至少有一種這種烴類)在空速至少為 1.0~20 液體體積/小時/催化劑體積,溫度 450~600°C、壓力 0.01~30 atm. 的條件下,與含有 0.5~30% (重量計)的銅和 70~99.5% (重量)的鋁矽土(具有表面積為 50~300 米²/克和孔徑 40~400Å)的催化劑接觸。可以脫氫。

1961.4.18 1964

3, 149, 131 260—348 05262

利用三價氮化合物還原羰基雜質以精制環氧化合物

將含羰基雜質的環氧化合物在 0~100°C 與三價氮化合物接觸。三價氮化合物(如 NH₃ 等)至少要有二個氮原子和氮相連並呈鹼性,其用量要足以還原一部分羰基雜質並使環氧化合物的損耗在 10% 以下。

1960.7.15 1964

3, 149, 140 260—453 05263

製備叔丁基次氯酸酯的方法

叔丁醇,水和強鹼的均相水溶液,在保持溫度低於叔丁醇的沸點下,加入氯進行反應,當水介質的 pH 約在 4~6 之間時,可由水溶液中分離出不溶於水的叔丁基次氯酸酯。

1961.10.6 1964

3, 149, 149 260—465.3 05264

丙烯酸合成中催化劑之回收法

于酸性鹵化亞銅催化劑水溶液存在下,由乙炔和氰化氫連續製取丙烯酸反應中,廢催化劑溶液由反應器放出,可用水稀釋以沉淀亞銅鹽,它與稀酸性催化劑溶液分離後再回到反應器中。改進的方法是在無氧條件下,將乙炔通入 pH 維持在 3~5.5 的上述稀酸性催化劑溶液中,而生成乙炔亞銅沉澱,使其與溶液分離,再加入如鹽酸等無機酸使乙炔再生和獲得該酸之亞銅鹽,並將其重復使用。

1961.5.12 1964

3, 149, 155 260—544 05265

酰氯的制法

系于 -20~100°C,在 $R_1-C(=O)-N\begin{matrix} R_2 \\ R_3 \end{matrix}$ 催化劑存在時,

使光氣和 $R_6-CH=C\begin{matrix} R_5 \\ | \end{matrix}-COOH$ α,β-不飽和羧酸反應生成 β-氯代羧酸酰氯,並將其加熱至 100~150°C 脫除 HCl 而得 α,β-不飽和酰氯 $R_6-CH=C\begin{matrix} R_5 \\ | \end{matrix}-COCl$ 。式中 R₁ 為

氫, C₁~C₁₇ 烷基或苄基等; R₂ 和 R₃ 為低級烷基、環烷基、苄基等, R₅ 和 R₆ 為氫, C₁~C₄ 烷基或氯等。

1959.6.1 1964

3, 149, 167 260—597 05266

烯烴氧化成醛和酮的方法

將氣相烯烴、氧氣及酸性到中性液體催化劑一起通過大型接觸反應器。液體催化劑由水和貴金屬鹽類(如鉀鹽等)組成,並有一變價金屬之低價鹽作為氧化還原催化系統可生成醛和酮。

1960.9.23 1964

3, 149, 170 260—653.4 05267

六氯丁二烯的氯化作用

生產 2-氯七氟丁烯-2 的方法,是使含六氯丁二烯,氟化氫和氯的反應混合物,在有催化劑鉻的氧化物參與下,溫度在 200°C~500°C 範圍內進行反應。從反應產物中分離

2-氯七氟丁烯-2 和 2,3-二氯六氟丁烯-2, 将 2,3-二氯六氟丁烯-2 加于进料混合物中循环使用。	3, 150, 195	260—666	05274
1960.3.7	1964		
3, 149, 180	260—683.65	05268	
烯烴的加氫异构化作用			
沸点在汽油范围内的烯烴轉化为較高度支化结构的烷烴的过程: 在較高温度和压力和氫气存在时, 烯烴与固体酸性异构化的硫化物催化剂接触反应。硫化物中的金属为周期表的VI族的左列元素或VIII的铁族元素。			
1960.6.30	1964		
3, 150, 167	260—486	05269	
丙烯酸羧基烷基酯及甲基丙烯酸羧基烷基酯之制备法			
甲基丙烯酸羧基丙基酯之制备, 系将环氧丙烷与甲基丙烯酸在温度不超过 80°C 时, 以三氯化鋁为催化剂反应而成。			
1962.11.7	1964		
3, 150, 189	260—601	05270	
二氯乙醛的生产方法			
由三聚乙醛在 67~80°C 和 0.5~2% 苯磺酸及 0.1% SbCl ₃ 存在下氯化而得。			
1961.10.31	1964		
3, 150, 190	260—615	05271	
缩醇缩合产品及其制备			
由多元醇(如季戊四醇)的羧乙基醚与 C ₈ 以下之脂族醛在 200°C 以下缩合而得。			
1960.2.18	1964		
3, 150, 192	260—638	05272	
以釳为催化剂醛的氫化作用			
将醛与氫以釳为催化剂在温度为 10~250°C 时加氫而成醇。当釳之活性降低时, 則停止加氫。在原設备中以含氧气体在 10~250°C 处理, 不使发生火焰或燃燒, 直到催化剂有足够之活性为止。			
1960.10.31	1964		
3, 150, 193	260—643	05273	
烷醇之精制			
将具有 12~24 碳原子之烷醇与沸点相似的鏈烷及单烯烴分离时, 使上述混合物与低分子量硝基烷(具有 3 个碳原子) 攪拌, 然后降低温度至 35~55°, 使烷醇从溶液中結晶。将此結晶与反应物分离、洗滌, 以除去殘留之硝基烷及鏈烯烴。			
1960.1.14	1964		
3, 150, 195	260—666	05274	
环己烷的生产过程			
正己烷和甲基环戊烷在异构化器中, 在催化剂氯化鋁-烯烴絡合物和促进剂 HCl 的存在下进行异构化, 获得异己烷和环己烷, 然后分离环己烷餾份和异己烷餾份, 异己烷餾份进入脫氫环化器中。催化剂主要为載于多孔惰性載体上的鉑。温度 400~1025°F 压力約 50 磅/吋 ² , 可得甲基环戊烷, 此环戊烷再进一步异构时可得环己烷。			
1960.8.1	1964		
3, 150, 198	260—677	05275	
C₅ 烴类混合物的选择加氫			
从正 C ₅ 烯烴中回收 C ₅ 异烯烴的方法, 是把含有正烯烴和异烯烴的 C ₅ 混合物, 以空間速度为 0.005~10 体积/体积/小时的空速, 在温度为 100~400°F, 压力为 100~200 磅/吋 ² 表压的条件下, 与鉍-鉍氧化物接触。空間速度和温度調节在上述的范围内, 以便在氫化 C ₅ 异烯烴之前, 先使正构烯烴氫化, 这样可使上述氫化步驟得到的产物中回收之异戊烯之濃度高于进料之濃度。			
1959.11.12	1964		
3, 150, 200	260—677	05276	
硫酸萃取法回收叔异己烯			
含叔异己烯的混合物在 0°~60°F 时与 70~80% 的硫酸接触。叔异己烯为硫酸所吸收, 沉降分成苯余相和酸萃取相, 分离出萃取相, 以 400°F/分的速度加热至 200°F 可解吸釋出叔异己烯。(附流程图)			
1961.6.7	1964		
3, 150, 202	260—683.2	05277	
烯烴的处理方法			
含有 8% (重量) 的正己烯-1, 60% 2-乙基-丁烯和 27% 3-甲基-2-戊烯的己烯气的处理法: 在 250°~350°F、1 大气压下, 己烯气体与 5Å 分子篩接触, 在接触時間 90 秒~30 分钟內, 正己烯-1 被吸附。同时 96~99% 2-乙基-1-丁烯异构为 3-甲基-2-戊烯。分子篩解吸时可回收正己烯-1。			
1960.11.7	1964		
3, 150, 203	260—683.9	05278	
烯烴的氫化作用			
烯烴的氫化法是在 125°~300°C 和 25 大气压下, 于胺-甲硼烷 X-BH ₃ (X 是含有 C、H 和 N 的仲胺或叔胺) 的存在时, 使烯烴与氫气反应。然后由产物中回收烷烴。			
1961.12.26	1964		
3, 150, 204	260—683.59	05279	

异链烷烃的制备

将含 4~6 个碳原子的异链烷烃与具有双键旁支链并含 5~20 个碳原子的烯烃在原料比 3~25:1 (体积比), 温度 20°~100°F 及 85~100% 浓度的 H_2SO_4 存在下反应而得。(附流程图)

1961.9.29 1964

3, 150, 205 260—683.65 05280

脂族烃的异构化作用

在高于大气压下将含有正构烃(由正丁烷和正戊烷, 正己烷组成)的原料进行异构化反应, 然后气相异构物通过吸附层吸附正构烃, 从未吸附的烃类中分离出丁烷后作为富有支链异构体的高辛烷值产物, 吸附的正构烃用正丁烷洗脱, 重复进入反应。(附流程图)

1960.9.7 1964

3, 151, 139 260—419 05281

$C_9 \sim C_{19}$ 的仲或叔饱和一元羧酸的逆流萃取和精制法

由 $C_8 \sim C_{18}$ 烯烃与一氧化碳、水在酸性催化剂存在下进行羧化所得的羧酸混合物, 含有沸点接近的碳氢化合物, 不能以蒸馏法分离。本方法主要包括将上述混合物溶于汽油中, 与 10 碳醇的氨水溶液进行逆流萃取。羧酸与氨生成铵盐进入水相, 而杂质进入油相。该铵盐经加热蒸馏分解而得纯羧酸。附有流程示意图。

1961.7.14 1964

3, 151, 150 260—465.9 05282

丙烯腈生产方法

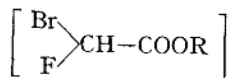
丙烯腈与乳腈在碱性催化剂作用下反应得 α, β' -二氰基二乙醚, 再将其裂解得两分子丙烯腈。两过程中未反应物及产物均循环至相应过程中重用。所得丙烯腈相当于耗用乳腈计算量的 90%。

1959.9.14 1964

3, 151, 152 260—487 05283

制取溴氟乙酸酯的方法

通式为 $N \equiv N - CH - COOR$ 的化合物在惰性极性溶剂中与溴化剂及氟化氢在 $-70^\circ \sim 0^\circ C$ 下反应制得



分子式中 R 为低碳原子的烷基、芳基等。

1963.6.5 1964

3, 151, 155 260—533 05284

在镍-或钴-硼酸催化剂存在下, 由烯烃、一氧化碳和水制备羧酸

260~350°C, 2500~6000 磅/吋² 表压, 和不少于羰基金属重量 0.05% 的催化剂存在下, 由低级烯烃, 一氧化碳和水制备脂肪羧酸。催化剂可由金属镍, 金属钴; 镍和钴的盐, 氢化物和氧化物, 或它们的混合物。加入一定量的硼酸, 硼酸盐离子必须超过金属离子能使反应的顺利进行。

1961.2.15 1964

3, 151, 159 260—563 05285

乙炔与胺之反应

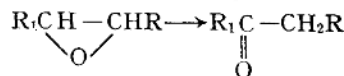
将炔属化合物与胺, 在 50°C 和压力介于 100~700 磅/吋² 之间反应而成碳与碳加成化合物。以二烷基过氧化氢为催化剂。炔属化合物之通式为 $RC \equiv CH$ (其中 R 为氢或烷基)。伯胺系为烷基胺或环烷基胺。

1962.12.12 1964

3, 151, 167 260—586 05286

由环氧化合物制备酮类

以八羰基二钴(或二铈、二铈)的脂醇溶液为催化剂, 使环氧化合物分子重排制得相应的酮。



式中 R 为 H, 烷基或烯基, R_1 为烷基或烯基。

1961.4.12 1964

3, 151, 170 260—610 05287

乙基戊基酮过氧化氢

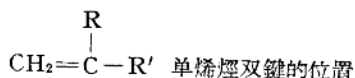
包括一系列的反应和许多反应器。反应的温度维持自 -10° 到 $20^\circ C$ 。将乙基戊基酮连续通入第一反应器, 同时在最后的反应器中通入预先配好的过氧化氢-硫酸水溶液(其中硫酸浓度为 5~15 重量百分比, 过氧化氢与硫酸的分子比为 7:1 到 35:1)。末端流出物经过分层, 水相加到第一反应器, 从油相分离出产品。从第一反应器流出的含有硫酸的水层要经常引出一部分。全系统中过氧化氢对酮之克分子比为 1.5 以上。

1961.7.20 1964

3, 151, 179 260—683.2 05288

烯烃的异构化

改变通式为



(式中 R' 系氢或烷基, 而 R 系烷基。当 R' 为氢, 而 R 为至少含有 2 个碳原子, 同时 R 和 R' 不超过 4 个碳原子), 是使其气化后与水蒸气通过一碳化聚合物的阳离子交换树脂, 其最高温度在 180~240°F, 同时连续供给充分的

水蒸气以维持上述树脂处于湿润状态。

1960.5.23 1964

3, 151, 180 260—683.3 05289

液态烯烃的制备

把 $C_6 \sim C_{20}$ 脂肪族烷烃转化为相应烯烃的过程是：以至少含有一个上述的烷烃和 α -氧化铝触媒接触。氧化铝的表面积是每克 0.01~5 平方米，而在它的表面上附着的金属系铂、钨或铈。在常压~100 磅/吋²表压下，温度是 850~1050°F，液体空速是 0.1~10，使大部分的烷烃转化为烯烃、而不致转化为芳烃。

1960.7.15 1964

英 国

960, 005 C 2 C 05290

丙烯酸和甲基丙烯酸酯的制备法

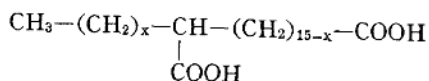
3 或 3 个以上碳原子的脂肪醇和 $CH_2=CH-COOR$ (X 是 H 或 CH_3 , R 是碳原子数少于醇的烷基) 的酯在 Ti 或 Zr 的烷基化合物存在时加热即得题列化合物。例如，正丁醇与丙烯酸乙酯及少量对苯二酚在分馏塔中加热至沸，以丙烯酸乙酯共沸物的形式除去水，加入钛酸四丁酯，除去乙醇，再分离丙烯酸乙酯。冷却残液，在 40~75 毫米汞柱时分馏可得丙烯酸丁酯。

1962.1.2 1964

960, 011 C 2 C 05291

不饱和化合物的羧化方法

链中有 12 个或 12 个以上碳原子及双键不在端基的不饱和化合物与分散于含 2~7% 水的浓硫酸中的 CO 反应，然后在 50°C 以下和 1~20 大气压时通入更多 CO，进行羧化，将产物倾于冰水中，然后用挥发性和水不混溶的溶剂萃取，最好先用二甲基硫酸酯使羧基酯化。将甲酯与醇在碱金属氢氧化物存在下回流可得不是甲基的酯。专利中叙述油酸的羧化以得具有下列通式的混合产物。



1961.6.16 1964

960, 022 C 2 C 05292

全氯乙烯与四氯化碳的制备法

丙烯和/或其不饱和的氯衍生物(制备氯乙烯得到的混合物)经两步氯化可得题列化合物。(1)以 Fe 为催化剂，用第二步来的尾气进行氯加成，(2)在流化床中进行氯化(300~600°C)。由第一步而来含过量氯的四氯化碳循环至第二步。专利中还叙述了反应所用的设备。

1962.3.2 1964

960, 023 C 2 C 05293

α -环氧氯丙烷的制备法

二氯丙醇与过量石灰在脱氯化氢塔中，于沸点在环氧氯丙烷与二氯丙醇之间与水不混溶的有机化合物存在时回流可连续制备题列化合物。上述有机化合物可以是 1, 2, 3-三氯丙烷。本法的收率可达 92%，产品纯度为 98.5%。

1962.3.16 1964

960, 083 C 2 C 05294

1, 2-二氯乙烷的制备法

乙烯与氯在液体二氯乙烷和无水条件下，并有如三氯化铁等氯传递剂存在时，于 -20~80°C 在主反应器中进行反应。反应中所用氯略为过量。将反应产物送入内有液体二氯乙烷的第二反应器中，并在高压下送入大量乙烯，第二反应中未反应的乙烯则通入主反应器。从第二反应器引出二氯乙烷产品。

1962.10.23 1964

960, 195 C 2 C 05295

羰基化合物的制备法

烯烃在 20~150°C 和 1~50 大气压时与含有(1)Pt 或 Pd 的溴化物或氯化物，(2)Cu 和/或 Fe 的氯化物或溴化物，(3)溴化氢或氯化氢和(4)Mg, Ca, Sr, Ba, Zn, Cd, Al 的硫酸盐和/或硝酸盐，或含这种硫酸盐或硝酸盐的复盐的催化剂溶液接触反应，可得碳原子数相同的羰基化合物。专利中叙述丙烯在上述条件下反应时可得丙酮和丙醛。

1962.6.4 1964

960, 309 C 2 C 05296

四氯乙烯的制备方法

水蒸气与一氯二氟甲烷(克分子比 3~19:1)的混合物在热解段中，使后者热解，然后将热解后 600~800°C 的混合物冷却使水蒸气冷凝。本法在水蒸气存在较少时可获得较高转化率。

1963.1.9 1964

960, 332 C 2 C 05297

丙烯的氧化作用

当丙烯与含氧气体在高温和高流速时通过预热器，预热至 250~350°C，此时应控制流速不使丙烯氧化。然后混合物的流速降低 3~30 倍使丙烯进行氧化。每 1000 公斤丙烯可得 330 公斤乙醛，270 公斤环氧丙烷，24 公斤环氧乙烷，25 公斤丙醛，73 公斤丙酮，16 公斤丙酮和 62 公斤高沸点产物。

1962.10.9 1964

961,063 C 2 C 05298
二元和四元羧酸酯的制备方法
 酸的內酐与伯醇(C₁₆以下)的亚硫酸酯或酐,在有机羧酸或无机酸的碱金属盐催化剂存在时反应可得題列化合物。反应在 100~200°C 时进行。专利中叙述从苯酐与二甲基亚硫酸酯制备邻苯二甲酸二甲酯,收率可达 96.2%。
 1961.12.1 1964

961,387 C 2 C 05299
2-氨基-4-硝基-1,2-二苯乙烯的制备法
 芳族醛与 2-氨基-4-硝基甲苯以六次甲基亚胺为催化剂縮合可制备題列化合物。縮合在 100~140°C 进行,縮合时间为 3~10 小时。这类产品可用以制备荧光增白剂。上述芳族醛可以是苯甲醛,对氨基苯甲醛,邻甲苯甲醛,或茴香醛。
 1962.9.26 1964

961,468 C 2 C 05300
丙烯酸或甲基丙烯酸的制备法
 丙烯醛或甲基丙烯醛在砷或其氧化物及 Sb,Co 或 Sn 的钼酸盐催化剂存在时,用氧进行气相氧化可得題列化合物。可用丙烯使在反应中生成丙烯醛。反应在 300~500°C 进行 1~30 秒。丙烯酸的收率为 44.6%。轉化为丙烯酸,丙醛和 CO₂ 的丙烯分别为 21%,4.7% 和 6%。
 1963.8.8 1964

961,510 C 2 C 05301
N-甲氨基乙基-2-甲基二苯甲基醚的制备法
 (1) β -卤代乙基-2-甲基二苯甲基醚与甲胺反应,(2)合适的二甲基化合物(卤化物或醇)与 N-甲氨基乙醇反应,或(3)用 LiAlH₄ 还原具有 CH₂·CONH—CH₃ 结构的相应的醚,可制备題列化合物。
 1962.11.30 1964

961,645 C 2 C 05302
1,1-二甲醇基-环己-3-烯的制备法
 Δ^3 -四氢苯甲醛和甲醛的水乳浊液与 1.0~1.1 克分子 NaOH 或 KOH (以苯甲醛衍生物計)加热,使反应产物冷却,可得在真空中能蒸餾的結晶的題列产品。反应在混合物的沸点时进行。本品可用于生产环氧树脂。
 1962.10.2 1964

961,647 C 2 C 05303
二环己基胺的制备方法
 約在等分子量环己酮和环己基胺的混合物,在 Pd,Pt 或其氧化組成的催化剂存在时,于室溫到 100°C 的溫度范

圍内进行氫化可得二环己基胺。氫化压力为常压到 100 磅/吋²表压。蒸餾后可得定量收率的二环己基胺。
 1962.10.9 1964

962,235 C 2 C 05304
脂族脲的氫化
 丙脲在錢催化剂存在时与 H₂ 反应可生成主要含有仲胺的胺产物。产物可基本上不含叔胺。反应压力为 1~50 大气压。在鈹和鉛催化剂主要生成三丙胺的条件下,錢催化剂主要生成二丙胺。
 1961.3.30 1964

962,412 C 2 C 05305
脂族醇的制备法
 不饱和脂族醛在載負的銅催化剂存在时,与氫进行气相反应,然后再使气化的产物于气相和鈹催化剂存在时与氫反应可得題列醇。专利中叙述从丁醇醛脱水而得的乙基丙基丙烯醛制备 2-乙基己醇的詳細过程。
 1963.2.22 1964

942,664 C 2 C 05306
 β -酮基己二酸二甲酯和 β -酮基己二酸甲酯的制备法
 β -酮基己二酸甲酯乙酯与 NaOCH₃ 在 CH₃OH 中反应,再用卤甲烷处理所得的 β -酮基己二酸二甲酯。本品用于激素合成(見专利 942,663)。
 1960.4.6 1964

962,686 C 2 C 05307
甲醇的制备法
 醋酸甲酯在水和不揮发的酸催化剂存在时水解,加入在 10~90°C 沸騰的脂族或脂环烴可蒸出甲醇,醋酸甲酯,烴和水組成的四元混合物,冷凝后使分层,上层主要是加入的烴,而下层主要是甲醇,最后将甲醇从下面的水层中蒸出加以回收。
 1962.9.26 1964

962,733 C 2 C 05308
醋酸的合成
 从甲醇和一氧化碳在含鎳和碘的催化剂存在时反应所得的粗产品中回收催化剂,是用至少含有 50% 一氧化碳的气体使粗产品在减压下解吸,以除去存在的羰基鎳和碘化鉀等揮发物。解吸后的产物在减压下蒸餾,留下的碘化鎳和醋酸鎳可循环至反应器。
 1961.5.23 1964

962,734 C 2 C 05309
乙酰乙酸酐的制备法

二烯酮与 R_1R_2NH 胺 (式中 R_1 和 R_2 是烷基或一个是氢, 另一个是烷基), 以预先生成相应的酰胺为溶剂, 在高于酰胺的熔点和低于 $80^\circ C$ 时反应。可以接近于定量生成高纯度酰胺 (即以二烯酮计为 $98\sim 98.5\%$)。100% 二乙烷和 98% 二烯酮在乙酰乙酸二乙酰胺中, 于 $20^\circ C$ 时反应可得 98% 纯度的酰胺。

1961.5.26 1964

962, 737 C 2 C 05310

十二烷基硫醇的制备方法

十二烷醇与硫化氢 (或 $S+H_2$) 或金属硫化物于七硫化铁存在时, 在加压下进行液相反应, 可得题列化合物。例如十二烷醇, S , H_2 和 Re_2S_7 在弹管中于 $220^\circ C$ 反应 3 小时, 硫醇收率为 66%。本法制备的硫醇方法简便, 而且价廉。

1961.7.26 1964

962, 825 C 2 C 05311

碳酸二烷基酯的制备法

每分子 $COCl_2$ 于第一反应段至少与一分子一克分子 $1\sim 5$ 碳的伯醇, 在室温到伯醇的沸点的温度范围内连续反应, 将氯甲酸酯与醇的混合物连续引出。然后在第二段于氯甲酸酯的沸点和醇沸点 $6^\circ C$ 以下的温度范围内将混合物加热。整个反应中每克分子 $COCl_2$ 至少有二克分子醇。专利中叙述碳酸二乙酯的制备方法。

1962.10.15 1964

962, 841 C 2 C 05312

丙烯醛或甲基丙烯醛的制备法

丙烯或异丁烯在高温气相用分子氧, 在氧化铈或氧化铈与多价金属的氧化物存在时作用可得题列化合物。原料中烯烃浓度为 $5\sim 20\%$, 氧与烯烃的体积比为 $1:1\sim 1:6$, 收率可以较高, 并可提高催化剂的寿命。

1963.4.29 1964

962, 872 C 2 C 05313

氯化乙烯的制备法

部分氧化的乙烷在载于 γ -氯化铝上的重金属氯化物存在时进行氯化反应可得氯化乙烯。上述重金属氯化物可以是氯化铜。专利中例述从 1,2-二氯乙烷制备全氯乙烯等的详细过程。

1962.10.31 1964

962, 925 C 2 C 05314

六次甲基四胺的制备方法

气体甲醛和无水气体或液体 NH_3 连续通过含有六次甲基四胺饱和溶液的反应段, 并连续从反应段引出含结晶

胺的饱和溶液, 从母液中分离结晶, 然后用水稀释母液以循环使用。反应段的温度为 $62\sim 66^\circ C$, 压力为常压。

1963.2.6 1964

962, 928 C 2 C 05315

丙烯酸和甲基丙烯酸酯的制备法

C_3 或较高级的醇与过量具有 $CH_2=C-COOR$ 结构的

$$\begin{array}{c} | \\ X \end{array}$$

酯反应 (式中 X 是 H 或甲基; R 是碳数低于醇的烷基) 可得题列酯。反应在 Ti 或 Zr 的烷基衍生物和能与醇 ROH 生成二元共沸物, 但不能与生成的酯成二元共沸物的液体有机化合物存在时进行。专利中叙述从丙烯酸乙酯与 2-乙基乙醇制备丙烯酸 2-乙基酯的详细过程。

1963.3.11 1964

962, 977 C 2 C 05316

α -卤代芳基酯酸 (如溴代苯基酯酸) 的制备法

芳基酯酸与卤素在紫外光辐射下反应可得题列化合物。例如, 苯基酯酸用溴进行溴化时即可得溴代苯基酯酸。反应在惰性稀释剂存在时进行。反应物用从 500 瓦灯泡而来紫外光进行照射。混合物于冷却和浓缩后可以 80% 收率 (以苯基酯酸计) 获得溴代衍生物。

1962.7.9 1964

962, 978 C 2 C 05317

α -苯氧基苯基酯酸的制备法

苯基酯酸与溴在惰性溶剂中和紫外光照射下反应可生成 α -溴代苯基酯酸, 将其转化为钠盐或钾盐, 再与碱金属的酚盐 (最好有取代基) 反应可得题列化合物的碱金属盐, 酸化后可得游离酸。参照专利 962, 977。

1962.8.14 1964

963, 031 C 2 C 05318

氯甲基丙烯的制备法

异丁烯与氯化氢和氧在 $460\sim 520^\circ C$ 和载负于浮石的氯化镁催化剂存在时反应可得氯甲基丙烯。收率可达 90% 以上。

1961.3.17 1964

963, 035 C 2 C 05319

二氯二苯基三氯乙烷的制备法

制备可分多段进行: (1) 一氯化苯与三氯乙醛于 $-3\sim 8^\circ C$ 在硫酸 (至少含 97% 硫酸) 和/或对氯苯磺酸存在时进行部分反应, 硫酸中含游离 SO_3 至多 3%, 加入量约为反应需要的 $50\sim 80\%$; (2) 在一步或多步中使反应所得混合物, 在二氯二苯基三氯乙醛悬浮体存在时, 于 $0\sim 20^\circ C$ 时

再与足以使反应完全的硫酸接触，并使题列产品沉淀析出。如此可得对位-对位异构体含量较高的产品。产品的熔点为 93~96°C。以三氯乙醛计，收率为 88%。

1961.4.19 1964

963,218 C 2 C 05320

环烷基酯的制备法

分子式为 RCOOR_1 (R 是 1~2 碳烷基取代的环丁基或环丙基， R_1 是 CH_3 或 C_2H_5) 的制备是在有机溶剂中，使碱金属氧化物与 δ -或 γ -卤代脂族羧酸的甲酯或乙酯回流加热。例如 γ -氯代丁酸乙酯与 NaH 于苯中作用时，可以 78% 收率生成环丙烷羧酸乙酯。

1960.3.31 1964

963,368 C 2 C 05321

从尼龙回收二元胺和二元酸

尼龙在惰性气氛中和加压下，于 160°C 和至少有 20% 过量的硷金属存在时水解，用有机溶剂（如含 20% 的正丁醇）从水解液中萃取己二胺。水溶液层是己二酸的硷金属盐，酸化后己二酸即沉淀析出。本法可用于从廢尼龙中回收己二胺和己二酸。参阅专利 461,237 和美国专利 2,130,948。

1962.8.29 1964

963,430 C 2 C 05322

烯氧化物和羧酸

正辛烯-1 以硬脂酸钴催化剂存在时于 75~78°C 氧化 140 分钟，在此条件下生成的产物中几乎全部是未反应的正辛烯-1。如氧化在正丁醛存在时进行，在开始 135 分钟内，产物中含 0.185 当量的酸，相当于理论的 74%。用 NaOH 中和反应产物，然后用醚萃取，萃取液蒸馏得 0.3 克正辛烯-1；1,2-环氧辛烷(14.8 克)及其他中性氧化产物(10.0 克)。

1962.3.7 1964

963,434 C 2 C 05323

烃类的氧化反应

脂族烯氧化生成有机含氧化合物是使脂族烯或这种烯的混合物与分子氧在较高温度和有能溶于烯的钴催化剂存在时进行液相反应。氧化产品中有羰基化合物，游离酸及酯。本法特点是氧化速度快，有用的氧化产品收率高。

1962.4.5 1964

963,458 C 2 C 05324

不饱和醇的生产方法

饱和脂族醇的烷氧基衍生物脱除烷氧基后即可得相应的不饱和醇。反应在较高温度和 MgO 催化剂存在时气相

中进行。专利中叙述从 3-甲氧基丙醇制备丙烯醇的詳細方法。

1963.4.22 1964

963,478 C 2 C 05325

丙烯腈的回收

由丙烯腈和氨的气体混合物中回收丙烯腈可在温度不超过 100°C 时用溶剂吸收气体混合物，溶剂温度不超过 75°C。如此可防止丙烯腈与被吸收氨之间的反应。然后从溶剂中回收丙烯腈。

1960.8.2 1964

963,527 C 2 C 05326

过氧醋酸的回收

从含乙醛，过氧醋酸，醋酸，有机过氧化物及常压沸点在 40~110°C 的有机稀释剂和（或）沸点在 40~110° 与水能成共沸物的惰性溶剂的混合物中，回收浓缩的过氧醋酸。其法先用真空蒸馏以馏出液的形式分离乙醛及惰性稀释剂，残留物为过氧醋酸，醋酸有机过氧化物。于残液中加入水使水与过氧醋酸的比为 2.0~8.5，在真空下蒸馏残液的水溶液，使一部分存在的有机过氧化物水解。然后过氧醋酸以馏出液回收，而醋酸则为残液。

1962.10.23 1964

963,610 C 2 C 05327

丙烯醛/甲基丙烯醛的制备方法

丙烯或异丁烯在催化剂存在时催化气相氧化可生成题列化合物。催化剂是碲或氧化碲以及氧化钨和氧化铋的混合物。反应温度是 300~500°C。专利中有催化剂的詳細制备方法。丙烯转化为丙烯醛的转化率为 45%。

1963.3.21 1964

963,611 C 2 C 05328

不饱和醛的制备法

气态的烯和氧的混合物在钨的氧化物催化剂存在时，于 500°F 或 500°F 以上反应，反应后物料中氧的含量控制在 0.1 克分子以上。本法催化剂能自动活化。专利中叙述从丙烯制丙烯醛的方法。

1962.4.17 1964

963,747 C 2 C 05329

山梨酸的净化

将不纯的酸溶于高沸点并对酸是惰性，在沸点亦是热稳定的溶剂（液体石蜡），使此溶液与惰性气体(CO_2 或 N_2) 在高温但低于溶剂沸点（即 160~180°C）时接触，使山梨酸从溶液中气化釋出，然后从酸蒸气/气体混合物中回收山梨酸。

1962.1.1		1964	Na ₂ S ₂ O ₃ 加热。本品是輻射防护剂。	
964,001	C 2 C	05330	1962.12.17	1964
不饱和醇的羧酸酯的制备方法				
乙烯与氧通过含氯化钼,氯化铈,醋酸铈及醋酸铜的醋酸溶液,反应用水冷却的冷凝器使反应中部分水馏出,反应产物中有乙醛,亚乙基二醋酸酯及醋酸乙烯。反应用铜盐或铁盐或苯醌等为氧化还原系统,使反应能連續进行。水的有害影响可加入尿素、乙酰胺及二甲基甲酰胺来消除。上述产物中醋酸乙烯占 72%。				
1961.9.20		1964	964,248	C 2 C 05335
氟乙烯的制备法				
1-氯-1-氟乙烷在 500~800°C 热解脫除氯化氢可得氟乙烯。热解在氟乙烷分压 5~500 毫米汞柱分压(最合适为 50~400 毫米汞柱)时进行。反应时间为 0.1~10 秒。1-氯-1-氟乙烷可用 N₂ 或 CO₂ 等惰性气稀釋。反应中生成的氯乙烯很少。				
		1964	1963.6.10	1964
964,097	C 2 C	05331	964,396	C 2 C 05336
羧酸衍生物的制备法				
将环戊酮过氧化物加于丙烯腈,氯化亚铜和盐酸的混合物中,温度保持在 -5°~0°C,分出有机层,用重碳酸钠溶液处理以得含酸溶液,酸化后可使羧酸份再生,分离,干燥后溶于酸化的甲醇中,所得混合物在回流下加热 3 小时,除去过量甲醇,中和酸,殘液在减压下蒸餾,首先可得 30% 收率的δ-氯代戊酸甲酯,然后可以 20% 收率获得 α-氯代辛二酸甲酯。从后者可得 α-氯代辛二酸和辛二酸。				
1960.12.30		1964	1962.10.9	1964
964,141	C 2 C	05332	964,552	C 2 C 05337
长鏈烷基磺酸的制备方法				
烷基中含有 6~22 碳原子的三烷基鋁化合物与 SO₃ 在 Lewis 硷存在时反应可得长鏈烷基磺酸。上述 Lewis 硷是一种含叔氮原子的化合物(如吡啶,二甲基甲酰胺或二噁烷),能与 SO₃ 絡合。反应在不使三烷基鋁与氧和水反应条件下进行。反应温度为 0~80°C。				
1962.1.4		1964	1963.5.9	1964
964,235	C 2 C	05333	964,613	C 2 C 05338
連續制备 β-氯代乙烷磺酰氯的方法				
氯乙烷与氯和二氧化硫在光化射綫照射下进行反应,将反应混合物通入 β-氯代乙烷磺酰氯、1,1-二氯乙烷,氯乙烷和二氧化硫的混合物中。然后将反应混合物分餾,使氯乙烷、二氧化硫及 1,1-二氯乙烷回入反应器。反应温度不超过室温。氯最好加于 20~50 份(重量) β-氯代乙烷磺酰氯,20~40 份二氯乙烷和 10~30 份氯乙烷的混合物中。				
1962.10.25		1964	1962.6.22	1964
964,239	C 2 C	05334	964,633	C 2 C 05339
乙基硫酸-2-N-甲基胺的制备法				
N-甲基-β-氯乙基胺盐酸盐与 Na₂S₂O₃ 反应,从反应产物中回收酸,即在乙二醇中与 10% 克分子过量的				
		1964	1962.11.27	1964
964,636	C 2 C	05340		

2-氯代环己酮肟盐酸盐的制备法

双-[1-亚硝基-2-氯代环己烷]与无水氯化氢在无水CCl₄或CS₂中反应可得题列化合物。反应温度为0~80℃,收率可达90~100%。

1963.1.18 1964

964,649 C 2 C 05341

C₈或较高级醇的净化方法

由烯炔与烷基铝作用,然后氧化和水解得到的醇,其净化方法可由C₄~₁₀脂族炔和芳炔或脂族醚的混合物中再结晶。例如,150克链型饱和脂肪醇馏份,平均碳原子数为20,含20%杂质,在40℃时溶于1.5升等量环己烷和苯的混合物中,将溶液冷却至10℃,过滤沉淀析出的结晶。以原料的含醇量计算,收率为94%,产品含杂质仅0.5%。

1963.4.17 1964

964,869 C 2 C 05342

环己烷氧化过程

液体环己烷用游离氧氧化为环己醇和环己酮时,反应混合物用催化氢化进行还原,使环己基过氧化氢化合物与环己酮转化为环己醇。如此可避免环己基过氧化氢化合物与环己酮进一步氧化生成不需要的副产物。在分段氧化系统中,可在氧化段之间使反应混合物还原。

1963.3.29 1964

964,980 C 2 C 05343

环烷羧酸的氧化

环烷羧酸在氧及铜的氧化物或其盐类存在时氧化可得环烷酮和/或环烯和/或环烯羧酸。上述反应温度在150℃以上。专利中叙述环己烷羧酸氧化时可得65%环己酮,4%苯酚,4%苯甲酸,12%环状炔(主要是环己烯)及3%环己烯羧酸。

1961.7.28 1964

964,998 C 2 C 05344

饱和和无环脂族酮的回收

从含水的混合物中回收最多含4C,且在酮基相邻处有次甲基的题列酮,是用碱中和混合物,将能树脂化的挥发物以气相蒸出,酮蒸气在塔中上升与碱金属氢氧化物逆流相遇,将塔顶馏出的气体冷凝,使酮与水溶液层分离。

1961.9.29 1964

965,048 C 2 C 05345

对称四氯二氯异丙醇,其一水物或二者混合物的制备方法

对称四氯二氯丙酮在100℃以下,用铂催化剂进行液相

加氢可得题列化合物。加氢压力为5.8公斤/厘米²,温度最高为38℃。

1962.9.19 1964

965,069 C 2 C 05346

全氟烯烃的制备方法

CFX₂(CFX)_nCF=CFX 和 CFX₂(CFX)_nCFXCFX₂ (X是氟或溴,n是正的整数)中至少一种与K, Rb或Cs的氟化物在惰性溶剂(介电常数至少20)中,于无水条件下加热反应可得全氟烯烃。加热直至所有X为F所取代。例如,0.5克分子CFCI₂CFClCFBrCFClBr和4.6克分子无水KF和1升二甲基甲酰胺混合,加热至135℃,分馏后可得80克CF₃CF=CFCF₃。

1963.5.16 1964

965,173 C 2 C 05347

丙烯腈的制备方法

丙烯、氨和氧在钼酸铋或磷酸铋存在时,于至少为500°F时反应可生成丙烯腈。氧的引入量为使反应器流出气体中的氧含量约在0.1克分子%以上。参照专利867,438。

1962.4.17 1964

965,319 C 2 C 05348

直链α,ω-二元羧酸的制备方法

C₈~C₁₂环状醇或酮用50~70%硝酸氧化。反应在钼酸铋/铜催化剂存在时进行。将反应产物在35~90℃时过滤,至少将一部分滤液循环至反应混合物中。环辛烷和环癸烷氧化所得的醇和酮是合适的原料。钼酸铋对原料的比是0.03~0.3%,Cu对钼酸铋的比可以是1:1~5:1。

1962.7.10 1964

965,351 C 2 C 05349

不饱和腈(丙烯腈或甲基丙烯腈)的净化法

题列不饱和腈与小量HCN分离,可在腈中加入小量草酸,并在草酸存在时,蒸馏腈。上述腈中含有以氰醇形式结合的HCN,通常在腈蒸馏时趋于分解生成HCN。由于加入草酸能使氰醇稳定。

1962.12.4 1964

965,365 C 2 C 05350

丙烯酸芳酯和β-芳氧基丙酸芳酯的制备法

顺丁烯二酸酐与过量醇,最好有吡啶等质子接受体存在时反应可得题列化合物。反应温度为150~300°。合适的醇有苯酚,甲酚,二甲酚和烷基苯酚。例如,将苯酚和顺丁烯二酸酐的熔融混合物加于苯酚和吡啶沸腾的混

合物中,在回流下加热3小时。再继续回流4½小时,使混合物冷却,用醚萃取,分成酸性、碱性和中性馏份。后者在蒸馏时可得题列化合物。			
1963.5.30		1964	
985,375	C 2 C	05351	
富馬酸二酰氯的制备法			
富馬酸与光气在甲酰胺存在和液体反应介质中反应可得富馬酸二酰氯。反应后将混合物过滤,滤液在氮存在时蒸馏,可以66%收率生成富馬酸二酰氯。			
1963.1.1		1964	
965,643	C 2 C	05352	
全卤代鏈烷或全卤代环烷的氟化方法			
题列化合物有一个或两个卤素是Cl, Br或I,其余的卤素是F,在氟化时,使在无水条件下,每分子全卤化合物至少与一分子KF, RbF或CsF在介电常数大于20的有机溶剂(二甲基甲酰胺)中加热即可进行氟化。例如,1,2-二溴八氟环戊烷氟化时可得1-溴九氟环戊烷。			
1963.5.16		1964	
965,776	C 2 C	05353	
脂肪酸—鏈烷醇或二鏈烷醇酰胺			
脂肪酸酯与一鏈烷醇胺或二鏈烷醇胺于酸性碳酸鈉催化剂存在时,在120~150°C反应可得题列化合物。例如,十二烷酸甲酯与二乙醇胺在酸性碳酸鈉存在时,于130°C反应,在真空中除去水,然后回收酰胺,收率可达98%。			
1961.6.13		1964	
965,963	C 2 C	05354	
丙烯酸和甲基丙烯酸酐			
丙烯酸酰卤与甲基丙烯酸的碱金属盐或甲基丙烯酸酰卤与丙烯酸碱金属盐反应可制备题列酸酐。这种酸酐很易聚合,聚酸酐是玻璃的良好粘合剂。水解后得聚酸,可用于尼龙卷绕成型。专利中有詳細制备方法。			
1960.10.7		1964	
966,270	C 2 C	05355	
多元醇的制备法			
經基醛在水溶液中催化加氢得多元醇。在反应时混合物中醛的濃度保持在0.05克当量/克混合物以下,混合物的pH最好为3~4。加氢可用雷尼型催化剂。本法可用以从水合的丙烯醛制四次甲基二醇;从甘油醛制甘油以及从α-經基己二醛制1,2,6-己烷三醇。			
1962.9.25		1964	
966,482	C 2 C	05356	
烯烴的羧化反应			
烯烴, CO和H与0.1% (最好是烯烴重量0.0005~0.01%金属离子)的Ru和Ru化合物,于高温(140~200°C)和高压(200~300大气压)的条件下,在惰性溶剂中接触反应可得醛或醇。专利叙述从二聚异丁烯制备壬醛和壬醇的方法。参照专利966,481。			
1961.3.3		1964	
966,546	C 2 C	05357	
环己烷部分氧化为环己醇和环己酮			
将部分氧化后含环己醇和环己酮的油状物中分离未反应的环己烷和重馏份,然后使油馏份与碱溶液混合,搅拌,使分出含环己醇和环己酮的有机相及水相。相分离后,再回收氧化产品,本法收率较高,产品純度較好。			
1960.12.14		1964	
966,634	C 2 C	05358	
三甲醇基鏈烷的萃取方法			
从含三甲醇基鏈烷和甲酸金属盐的反应混合物中萃取三甲醇基鏈烷,可加入NaCl溶液,再加入能溶解三甲醇基丙烷的溶剂,搅拌,所得上层进行真空濃縮,以共沸物形式分离水,殘液在真空中蒸馏,所得三甲醇基丙烷純度可达95.5%。			
1962.6.4		1964	
966,639	C 2 C	05359	
乙醛的回收			
从醇醛縮合粗产品中回收乙醛用两段蒸馏,第一次在0.5公斤/厘米²表压,和113°C以下。第二次在常压或减压和113°C以下。本法可防止在高压蒸馏时生成的树脂状物质。专利有詳細过程和设备情况。			
1962.8.29		1964	
966,544	C 2 C	05360	
庚二酸的生产方法			
一氯环己烷羧酸与碱金属氢氧化物在250~450°C反应,将酸的碱金属盐酸化后可得游离酸。此酸常用以制各酯,某些庚二酸酯可用作增塑剂。			
1960.11.7		1964	
966,780	C 2 C	05361	
环己酮和环己醇的分离方法			
从含环己醇、环己酮和环己烷的混合物中分离环己醇和环己酮的混合物是用一縮乙二醇萃取,并使萃取液与殘液分离。上述混合物系由环己烷氧化得到,环己醇和环己酮的收率是氧化环己烷的92%。			
1961.4.11		1964	

966, 791 C 2 C 05362

部分氯化不饱和烃的生产方法

三氯乙烯或全氯乙烯与 CH_3Cl , 乙烷, 丙烯, 甲苯或二甲苯在 $500\sim 750^\circ\text{C}$, 于无催化剂及填充物料存在时反应 $0.1\sim 10$ 秒, 可得碳链长度等于两反应物碳链长总和的部分氯化不饱和烃。收率可达95%。专利中叙述-1,1,2,3-四氯丙烯-1, 1,1,3-三氯丙烯-1;-1,1,2-三氯丁烯-1; 1,1,-二氯丁烯-1; 1-苯基-2,3,3-三氯丙烯-2; 1-(4-甲苯基)-2,3,3-三氯丙烯-2; 1,1,2-三氯戊二烯-1,4 和 1,1-二氯戊二烯-1,4 的制备方法。

1961.3.22 1964

966, 794 C 2 C 05363

不饱和脂肪醛和酮的制备方法

第一步使 Hg^+ 的溶液或悬浮液与至少有三个碳原子的烯炔反应生成 Hg^{++} /烯炔加成物及金属汞; 第二步将 Hg^{++} /烯炔加成物在强酸水溶液存在时加热生成不饱和醛和 Hg^+ 盐; 第三步将第一步中生成的金属汞与分子氧和强酸于过渡金属盐类催化剂存在时反应生成 Hg^+ 盐。所用烯炔最好是丙烯。本专利是专利 918, 186 的补充。

1961.12.7 1964

966, 809 C 2 C 05364

羧酸的乙烯基酯的制备方法

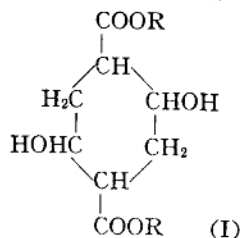
乙烯、 O_2 和羧酸在由 Pd, Rh 或 Pt 盐和 Cu, Zn, Hg, Pb, Cr, Mn, Fe, Ni 或 Co 盐组成的催化剂存在下反应, 可制备羧酸的乙烯基酯。反应时最好有碱和碱土金属的盐类和 HCl 存在。有醋酐等脱水剂存在对反应有利。专利中叙述了醋酸乙烯的詳細制法。

1962.5.28 1964

966, 835 C 2 C 05365

1,4-环己二烯-1,4-二羧酸的制备法

10~30 克分子的乙二醇与 1 克分子具有



通式的化合物(I) (式中 R 是 C_{1-3} 烷基) 在 $170\sim 250^\circ\text{C}$ 加热反应可得是题列物。(I)可以是 2,5-二羟基六氢对苯二甲酸二甲酯。反应最好在甲烷磺酸, 苯磺酸, 甲苯磺酸, 萘二磺酸, 苯基膦酸, 对甲苯磺酸或对甲苯磺酰氯催化剂存在时进行。

1963.4.26 1964

966, 893 C 2 C 05366

气体甲醛的净化

含水、甲醇、甲酸及其反应产物的甲醛气体与酸性、无水并对甲醛的惰性的固体(Amberite IRC-50×6 树脂)接触而得净化。专利叙述用树脂的处理方法。

1961.9.21 1964

967, 024 C 2 C 05367

不饱和羰基化合物的制备法

含有一 $\text{C}=\text{C}-\text{CHOH}$ 结构单元的不饱和醇用过氧化镍于惰性有机溶剂中, 在 $0\sim 90^\circ\text{C}$ 时进行处理可得饱和和羰基化合物。例如, 将过氧化镍加于 5 克苯醇在 45 毫升苯的溶液中, 混合物在 70°C 搅拌 3 小时, 可以 74.4~76% 收率回收苯甲醛。

1962.8.24 1964

967, 053 C 2 C 05368

脂族醇的制备方法

铝醇盐预热至 80°C , 然后水解 5~20 分钟可生成脂族醇, 水解后底层是氢氧化铝, 上层为醇, 冷却至 $60\sim 70^\circ\text{C}$, 分离醇层, 残渣过滤后分离氢氧化合物, 用能溶解醇的低沸点有机溶剂洗涤。本法能使水解完全。

1963.4.17 1964

967, 054 C 2 C 05369

硝基环丙烷的制备方法

1-卤-3-硝基丙烷(1-碘)与 LiNH_2 , KNH_2 或 NaNH_2 于液氨中反应可得硝基环丙烷。本品是药物中间物。例如 1-氯-3-硝基丙烷和 NaI 在丙酮中回流, 分离卤化物, 加于含酰胺的液氨中。然后用 NaNH_2 回收环状化合物。收率为 54%, 纯度为 97.5%。

1963.5.15 1964

967, 241 C 2 C 05370

α, β -不饱和脂族羧酸的制备方法

烯炔与分子氧在 $300\sim 700^\circ\text{C}$ 和固体磷酸氧化催化剂存在时, 气相反应可得题列化合物。催化剂可以 Cu, Ag, Fe, Co, Ni, Sb, Bi, Mo, W 或 U 之一为促进剂。另外可用一种 Pb, Sn, Ce, Th, Nb, Ta, V, Cr 和 Mn 化合物或一种以上化合物为活化剂。本专利主要叙述丙烯氧化为丙烯酸和异丁烯氧化为甲基丙烯酸方法。专利中詳細叙述催化剂的制备方法和工艺过程。

1961.4.14 1964

967, 310 C 2 C 05371

2-氯丁二烯-1,3的制备法