

国外專利文献题解

有机合成



4

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一千万件以上，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。為了便于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题內容。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。
3. 目錄的編排次序：先按專題分類，在每一專題中分五個國家，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如下：

專利流水號	原分类号	分冊連續序號
題錄.....		
題解.....		2
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：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，編譯人員缺乏經驗，容有謬誤之處，至希讀者指正。

國外專利文獻題解

有機合成

(4)

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)

上海新華印刷廠印刷 新華書店上海發行所發行

*

開本 787×1092 1/16 印張 4 1/2 字數 140,000

1965年10月第1版 1965年10月第1次印刷

印數 1—1,300

定價：0.50 元

目 录

(1964 年 1~3 月)

一、脂肪族化合物	(1)
二、芳香族化合物	(39)
三、杂环化合物	(56)
四、金属有机化合物	(61)
五、其他	(67)

一、脂肪族化合物

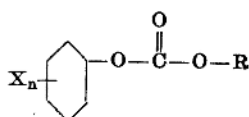
美国

3,118,953 260—613 04379
1,3-二-(对-环戊烯-2基-苯氧基)-丙醇-2
 本专利叙述题列化合物的制备方法。
 1960.8.16. 1964.

3,120,556 260—463 04380

氯甲酸氯代苯酯衍生物

1. 具有下列通式的化合物:



式中X是氯或溴; n = 3~5 整数; R是丙炔基或丁炔基。
 1962.5.18 1964

3,121,752 260—617 04381

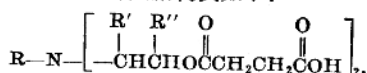
烯醇

1,2,3,4,5-五甲基环戊-2-烯-1-醇。
 1960.9.26. 1964.

3,123,634 260—485 04382

N-脂族-N, N-Di(烷基-单琥珀酸酯)-胺

作为一种物质的配方,其结构式如下:



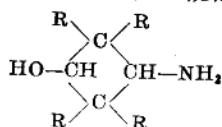
R是具有8~22个碳原子的开链脂族基团, R' 和 R''是氢,甲基或乙基。

1961.4.28. 1964.

3,125,569 260—563 04383

3-氨基-2,2,4,4-四烷基环丁醇

本专利叙述具有下列结构的环丁烷衍生物



式中R是C₁₋₈的烷基。

1960.11.25. 1964.

3,128,294 260—400 04384

α- 氟化脂肪酸酯的盐

化学式为 RCH(SO₃M) COOR', 其中R是2~12个碳原子的正构烷基, M可以是钠、钾或铵, R' 可以是十二氟代庚基或2~12 碳原子的直链或枝链烷基原子团, R和R' 的碳原子总数加2为12~17。

1962.7.21. 1964.

3,128,306 260—537 04385

将己二酸至少储藏七天以稳定己二酸晶体大小

系将己二酸晶体储藏至少七天, 以使其平均粒子大小有60~66%通过100 筛孔, 而留在100 筛孔上。此己二酸晶体之粒子大小不随时间发生变化, 且可依粒子之大小而将其分类。

1960.6.9. 1964.

3,128,313 260—506 04386

浓甲醛的制法

甲醛的醇溶液, 由蒸馏法可以提浓, 蒸馏塔中有碱性剂(pK_a 大于5.15) 及某酸之金属盐(此酸之pK_a > 3) 为催化剂, 可以制得浓度较高的甲醛在醇中的溶液, 所用的醇含1~4C。

1960.12.22. 1964.

3,128,317 260—677 04387

乙烯中乙炔以沸石型催化剂进行选择氢化

上称选择性氢化所用沸石催化剂除硅酸铝外尚含有铜。

1961.1.13. 1964.

3,129,147 202—59 04388

在过氧化钠存在下用蒸馏法回收丙酮

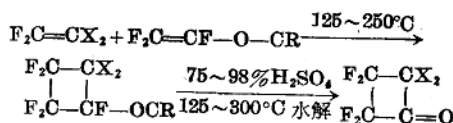
从过氧化氢异丙苯分解获得的粗丙酮在蒸馏时加过氧化钠0.5~5%(重量比)水溶液, 使存在于纯丙酮中能为过锰酸盐还原的物质氧化。

1960.9.7. 1964.

3,129,248 260—586 04389

氟代环丁酮之制备

系通过下列反应制取,



X为原子序数由9~35之卤素, R为≤C₇之单价脂族

和煙基。

1960.7.18.

1964.

3,129,250

260—615

04390

乙炔与三氟乙醇反应的产物

实验式为 $C_{10}H_{13}F_9O_3$ 化合物,沸程是 $190\sim 195^{\circ}C$ 。制取过程是把 2,2,2-三氟乙醇和乙炔在大约 $1\sim 10\%$ (重量) 的强无机酸和 1% (重量) 黄色氧化汞的混合触媒参与下,在 $30\sim 40^{\circ}C$ 反应,从反应混合物里分离出 $C_{10}H_{13}F_9O_3$ 。

1956.11.27.

1964.

3,129,251

260—635

04391

由烯炔制备多元醇

$C_4\sim C_8$ 开链二烯炔 (其中一个双键是在末端而另一个在分子内) 来制备不相邻的二元醇的过程。系将 $1\sim 6$ 克分子的上述烯炔与 1 克分子过氧化硼和以此为基数的 $0.1\sim 400\%$ 重量的 $C_4\sim C_8$ 的有机醚,在 $0\sim 30^{\circ}C$ 反应 10 小时;由此形成的聚有机硼中间物,使升温到 $150\sim 200^{\circ}C$,大约 $1\sim 8$ 小时后;在 $1\sim 3000$ 磅/时² 表压和 $-10\sim 100^{\circ}C$ 与 H_2O_2 接触几分钟到 8 小时便得。

1960.1.28.

1964.

3,129,253

260—641

04392

烯炔的水合

制取醇的方法。水与烯炔按 $1:1$ 到 $40:1$ 的分子比连续地通入一由周期表中第 VI 族或第 VII 族的金属硫化物所组成的催化剂;催化剂的用量为液态炔的 $1/50$ 。作用的温度是 $325\sim 600^{\circ}F$,压力由 $500\sim 10,000$ 磅/时² 表压。

1958.7.7.

1964.

3,129,263

260—583

04393

胍衍生物的制备

制取不对称二甲基胍的方法是将亚硝基二甲胺与氢气在钨催化剂及脱除空气的水份存在下,于 $60^{\circ}C$ 反应制得。

1958.11.21.

1964.

3,129,266

260—679

04394

烷炔热解方法生产乙炔

本法以烷炔经蓄热炉热解生产乙炔,将烷炔与一种稀释剂 (稀释剂为氢气与蒸汽之混合物组成) 混合,氢气与蒸汽之克分子比介于 $10:90$ 及 $90:10$ 之间,加热温度至 $850^{\circ}C$ 以上,此法可生产高产率及高浓度之乙炔。

1962.3.14.

1964.

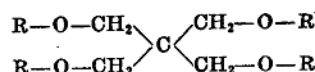
3,130,200

260—340.2

04395

季戊四醇四酯的制法

通式为



的季戊四醇四酯,式中 R 系乙酰基,丙酰基,丁酰基或由二个合并在一起的丁二酰基或邻苯二甲酰基。是使相应的有机酸酐与季戊四醇在含有 20% 硫酐的发烟硫酸催化作用下生成的。

1961.1.11.

1964.

3,130,207

260—348.5

04396

以液态脂族过氧酸进行环氧化反应之改进

在 $0\sim 100^{\circ}C$,由烯类与液态过氧脂肪酸溶液的平衡混合物反应制有机环氧化物。平衡混合物由液态脂肪酸和过氧化氢以及 $20\sim 45$ (重量) % 液态过氧脂肪酸混合制得。改进之处为使用脂族酸酐以保持 pH 在 $2.5\sim 6.5$ 之间。

1960.11.3.

1964.

3,130,222

260—539

04397

脂族溴化物的制备方法

含 $C_{2\sim 18}$ 的氯化烷, $C_{2\sim 18}$ 氯代脂族羧酸及其苯基或烷基衍生物与溴化氢在氢溴酸水溶液存在下 (浓度至少 40%),在室温至 $140^{\circ}C$ 反应可使脂族氯化物进行溴取代反应。

1962.2.14.

1964.

3,130,224

260—551

04398

二氰胺化烯炔的生产方法

专利介绍了通式为 $NCNH(CH_2)_nNHCN$ 的化合物的生产过程。式中 n 是一不小于 4 的整数。是由通式为 $NH_2(CH_2)_nNH_2$ 的亚烯基二胺与卤化氰反应而得。

1961.10.26.

1964.

3,130,225

260—555

04399

尿素的生产

含 $0.3\sim 1.5$ 重量 % 缩二脲,小于 0.5 重量 % 水,其余为尿素的直径为 $0.2\sim 6$ 毫米的小球,有微孔结构,核心表面有尿素的封层,使小球表面没有缺陷,这种表面约构成小球总重量的 $1\sim 10\%$ 。

1962.2.12.

1964.

3,130,226

260—556

04400

磷酸酯胍

R_3

本专利叙述分子式为 $R_1-SO_2-NH-R_2$ 的磷酸酯胍,式中 R_1 低级烷基,低级烷基或卤苯基, R_2 和 R_3 各是氢,异丙基或苯基低级烷基,其中 R_2 和 R_3 至少有

- 一个不是氢。
1959.12.22. 1964.
- 3,130,234 260—615 04401
生产乙二醛四乙基缩醛的方法
亚硝酰氯与乙醇在20~60°C和约15~50磅/时²压力下反应,可得题列化合物。
1961.1.25 1964.
- 3,130,236 260—637 04402
由1,4-丁二醇中除去甲醛
将含35%丁二醇之水溶液中甲醛降至0.35~0.08% (对块醇),必须在125~200°C和25~250磅/时²(表)压力下加热2~10小时。
1960.6.20. 1964.
- 3,130,238 260—653 04403
全卤烯烃之转化
以氟化铯和氟化铷为催化剂,于190~300°C,使含有卤原子(F和Cl),端基为CF₂和分子中最多含一个Cl的全卤烯烃与水反应,可转化成卤代烷。
1962.4.20. 1964.
- 3,130,239 260—666 04404
甲基环戊烷和混合C₄烃类烃的反应
系使含甲基环戊烷之饱和烃与含正丁烯和异丁烯之C₄烃类加浓度为88~100%之硫酸相混合,且保持-30~+20°C促使反应,甲基环戊烷转变为二甲基十氢化萘,异丁烯转变为异丁烷,而正丁烯与硫酸反应生成酯。分离出含二甲基十氢化萘之烃层与含酯之酸层,并由烃层分离出二甲基十氢化萘,而将酸层与至少含一个叔C原子的饱和烃类相混合,且保持20~100°C,使发生饱和烃和酯之间的烃化反应,再分离出烃化产物层和酸层。
1962.5.28. 1964.
- 3,130,243 260—677 04405
用二烷基磷酸酯银分离烃类
从液态混合烃中用二烷基磷酸酯银萃取非烷烃的方法:使非烷烃与银盐构成络合物。
1962.8.21. 1964.
- 3,131,132 202—57 04406
用酸处理及精馏精制二甲胺基乙醇
用环氧乙烷和二甲胺在沒有催化剂存在下反应所得到二甲胺基乙醇,改进方法,将是反应混合物加酸控制pH不得超过11.8,然后精馏,得到颜色稳定的二甲胺基乙醇产品。
1962.6.6. 1964.
- 3,132,157 260—348.5 04407
以卤素增强活性的银催化剂进行乙烯催化氧化制造环氧乙烷
将乙烯与氧在含有卤化银的银催化剂存在下,氧化制造环氧乙烷,这种催化剂的制备,用硝酸银水溶液与碱土金属的卤化物加碳酸钠(或钾)反应(100克银原子:0.01~0.5克当量碱土金属卤化物)所得沉淀加热在200~500°C而制得。
1958.11.4. 1964.
- 3,132,173 260—465.1 04408
4-氟基-2,2-二甲基丁醛之生产方法
本法系将1克分子羧基异丁醛与2~4克分子丙烯腈在50°~95°C加热反应,以碱金属氢氧化物为催化剂,用量为1/100~1/500(按丁醇计)。
1962.3.22. 1964.
- 3,132,715 260—465.8 04409
1,4-二氟基丁烯的制备
在10~75°C,于乙腈等极性溶剂中(另加一聚合抑制剂),由1-氟基丁二烯-1,3与氟乙酸反应可制得1,4-二氟基丁烯-2和1,4-二氟基丁烯-1。用碱金属氢氧化物等来控制pH为5.8~7.5。转化率控制在12%以下。
1959.7.14. 1964.
- 3,132,183 260—644 04410
硝基环己烷之纯化
在含硝基环己烷的混合物中加入硫酸,再进行水蒸汽蒸馏。
1961.11.29. 1964.
- 3,132,185 260—653 04411
从四氟乙烯制备全氟烷基碘化物方法的改进
碘,五氟化碘和四氟乙烯生成全氟烷基碘化物的改进是使上述反应在五氟化锑,三氟化锑或无水氟化亚锡存在时进行。
1962.5.2. 1964.
- 3,133,114 260—465.4 04412
腈类之制备法
脂肪腈之生产,系由碱金属氰化物与卤代脂肪族化合物作用而成。其中至少有一种原子量大于35之卤素连接于非叔碳原子上。本专利之改进法系使反应于一种溶剂中进行。如1-乙酰吗啉,1,3-二甲基-2-咪唑啉酮及通式为

1. 分散的碱金属其颗粒大小有50%以上不超过5 μ 。与丙烯腈水溶液(其含水量在25~95%之間)在50°C以上反应而得。	3,135,582	23—151	04429
1960.12.28.			
3,133,962	260—544		04424
多氯丙酰氯之制法			
将順丁烯二酸酐和3~20克分子的氯(按每克分子酸酐計)在温度介于20~170°C,在至少一种含氮催化剂存在下反应制得。专利例举多种适合上述反应的含氮催化剂。			
1960.10.18.			1964.
3,133,968	260—597		04425
醛或酮的制法			
无环羰基化合物的生产方法,是在100~200°C和50~500磅/吋 ² 表压,使无环单烯烃氧化。氧化剂为钒化合物的酸溶液。在一升該溶液中至少含有0.1克原子的钒,而其中又最少要有一部份是可溶性的五价钒。它們是由五氧化钒和硫酸氧钒与足以維持V ⁵⁺ 溶解的硫酸离子所組成。			
1960.1.21.			1964.
3,133,975	265—683.46		04426
混合烯烃在以硫酸为催化剂时的烷基化反应			
C ₃ 到C ₈ 混合烯烃与异构烷烃以硫酸为催化剂进行烷基化时,反应是在乳化后进行的。烷基化过程分为二段,先在第一段中通入含有大量丙烯和戊烯的烯烃,使与酸和异构烷烃发生乳化后,再放入第二段,然后向第二段单独通入了烯使之进一步反应。专利附有设备图。			
1961.11.13.			1964.
3,134,726	202—39.5		04427
丙烯精制方法			
从含丙烷,丙烯,少量甲基乙炔和丙二烯的C ₃ 混合物中分离高純度丙烯的方法,是将C ₃ 进行蒸餾,同时通入1.0~50.0%v/v(以C ₃ 計)的溶剂(如低分子量的醇类、酮类或腈类),塔頂可餾出高純度丙烯(附流程图)。			
1961.6.26.			1964.
3,134,727	202—52		04428
利用真空蒸餾方法自双丙酮醇甲基醚中回收双丙酮醇			
从混合物(含5~20%水,16~60%异丙叉丙酮,30~65%双丙酮醇,3~12%双丙酮醇甲基醚以及重餾份)中回收双丙酮醇的方法,是在25~400毫米汞柱和75~150°C时蒸餾,得到的塔頂餾液包括水相和有机相,水相回流入塔頂,而在較低部位蒸出双丙酮醇(附流程图)。			
1962.6.22.			1964.
3,135,582			
氟之生产与分离			
由HCN、O ₂ 、NO ₂ 与催化剂在100~1000°C使HCN氧化为氟,反应产物以溶剂萃取NO ₂ 与HCN,然后将余气冷凝可得氟。			
1961.2.16			1964.
3,135,669	202—52		04430
利用閃急蒸发和第二步分餾精制順丁烯二酸酐			
先加热充分地蒸发出低沸点和所有的順丁烯二酸酐,同时也蒸发出一些高沸点組份,然后使焦油在閃蒸鼓中閃急蒸发所有易蒸发的組分,蒸汽經過两个一定温度和压力的蒸餾塔分离可得到純順丁烯二酸酐。(附流程图)			
1961.10.16.			1964.
3,137,724	260—555		04431
尿素之加压合成法			
由二氧化碳与过量之氨在不銹鋼設備中,較高之压力及温度下反应而制得,为了减少上述介质之腐蝕影响及混油之产物,可通入0.01~0.05%(按加入之CO ₂ 体积計)之氧气于反应物中。			
1956.11.19.			1964.
3,137,725	260—555		04432
在尿素合成过程中的热量回收法			
氨与二氧化碳以2:1的分子比,在2000~4500磅/吋 ² 表压和320~392°F反应生成尿素的过程中,同时产生氨基甲酸铵,为了使之分解成NH ₃ 和CO ₂ ,先在200~400磅/吋 ² 表压,240~300°F的高压段使氨基甲酸铵分解再在50磅/吋 ² 表压;150~230°F进一步分解;在第一段分解后,需先除去气相。专利介紹利用水溶液来吸收,从而可使第二段利用热量在較低压力下分解。			
1960.2.11.			1964.
3,137,730	260—585		04433
乙二胺的生产方法			
本法系用乙二醇与氨作用而制得乙二胺,二者比例至少5克分子氨/1克分子乙二醇,在200~300°C液相中及1000磅/吋 ² 压力下进行。同时加入(1)氢气,其量至少为乙二醇之0.75(2)一种金属氯化催化剂,其中含量为5~18份之镍及5~18份之銅及(3)水,其量为乙二醇之30~300%。然后将乙二胺从反应产物中分离。			
1960.4.12.			1964.
3,137,731	260—586		04434
制备取代环戊酮的方法			
是在溶剂中使			



与 R^4MgX 加热回流。在上式中 R 系 H 或 CH_3 , R^4 系选自烷基, 单核芳烃基, 脂肪族环烃基, 而 X 是选自卤族中的氯, 溴或碘。

1962.1.26.

1964.

3,138,545

202-57

04435

N,N-二甲基胍的脱水(用加碱蒸馏法)

将含水的 N,N -二甲基胍在蒸馏中加 10~50% (重量比) 碱溶液, 蒸出物 N,N -二甲基胍含水量少于 0.5% (体积比)。

1955.5.10.

1964.

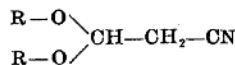
3,138,616

260-340.9

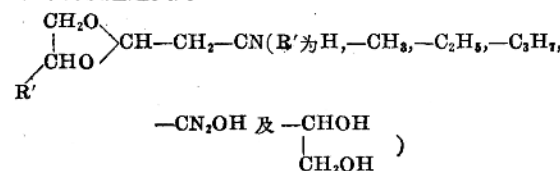
04436

氰基乙醛缩醛的合成法

通式为



β -氰基乙醛的缩醛, 式中 R 为 1~18C 原子之烷基或 5~6C 原子之环烷基。其制法系由 1 克分子之 β -氯丙烯腈与 2 克分子通式为 $\text{R}-\text{OH}$ 之醇 (R 与上同) 在一定量碱 (用量至少过量于 β -氯丙烯之 0.1 克分子) 中反应而成。本专利叙述通式为



之 β -氰基乙醛的缩乙醛制备法

1960.11.29.

1964.

3,138,627

260-453

04437

叔丁基过氧化酯类的制备方法

2~5C 的低级酯族酸与叔丁基过氧化氢所成之酯, 由叔丁基过氧化氢 (在碱金属的氢氧化物水溶液中) 和链烷酸酐在惰性有机溶剂存在时于 20°C 以下反应制得。

1961.7.28.

1964.

3,138,634

260-465.8

04438

由二卤丁烯制备氰基丁二烯和二氰基丁烯

在 150~400°C 气相中, 以载于高表面积活性物质上的铜盐为催化剂, 由氢氰酸和二卤丁烯 (两者之比 3:1~8:1) 反应制 1-氰基丁二烯-1,3 和 1,4-二氰基丁烯。

1961.8.21.

1964.

3,138,637

260-534

04439

乙二胺四乙酸与铜离子交换溶液流出液中回收乙二胺四乙酸的方法

分离稀土金属所得之乙二胺四乙酸铜络合物水溶液加石灰或氢氧化钙控制 pH 在 11.7, 使氢氧化铜沉淀, 过滤, 滤液加硫酸还原控制 pH 3 以下, 使乙二胺四醋酸沉淀。

1962.1.9.

1964.

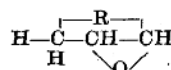
3,138,642

260-617

04440

由环氧化物生产不饱和醇的方法

专利介绍了生产 α, β -不饱和的脂肪族仲醇和单碳环醇的方法。它是将通式为



的 1,2-环氧化物与二烷基化铝在惰性烃中加热, 然后再水解之。通式中的 R 系一含有 1~17 个碳原子的链型碳链。

1960.2.29.

1964.

3,138,643

260-658

04441

三氯乙烷的制备方法

由二氯乙烷与氯按一定比例, 通过 350~500°C 之反应区, 停留 0.05~0.5 秒的条件下可反应而得三氯乙烷。

1961.3.15.

1964.

3,139,454

260-563

04442

用催化加氢法制备环庚基胺

环庚酮肟在 0~100°C 和低氢压下加氢可得环庚基胺。反应在有 0.3~3.0% 铑 (以环庚酮肟计) 存在时进行。

1959.10.29.

1964.

3,139,455

260-564

04443

苯氧基乙酰胺胍

上述化合物系通式为 $\text{RO}-(\text{CH}_2)_n-\text{C}(\text{NH}_2)=\text{NOR}$ 式中 R 为苯基或 3-乙苯基等, n 为 1~3 之奇数, 及 R 为氢或乙基。

1962.12.18.

1964.

英 国

951,628

C2C

04444

4-对-氨基苯基丁酸甲酯的制备方法

4-对-酰氨基苯基-4-氧丁酸或 4-对-酰氨基苯基-4-氧丁-2-烯酸于甲醇中加硫酸用 Pd/C 催化加氢, 使同时发生酯化和脱酰。收率可达 90~100%。

1960.10.31.

1964.

951,924	C2C	04445	1962.11.19.	1964.
氨基甲酸酐氮的制备方法				
从脲和/或缩二脲制备氨基甲酸酐氮可在惰性固体(砂子)的流化床中进行,以干燥氯化氢为流化气体。必须保持足够高温使分解为异氰酸和氨。流出气体冷却后使NH ₄ Cl沉淀,然后用冷凝或溶剂回收氨基甲酸酐氮。				
1963.1.28.		1964.		
951,938	C2C	04446		
1,1,1-三甲基丙烷混合酯的制备法				
题述三甲基丙烷的两个羟基是用4~6C的相同或不同的脂族羧酸酯化,另一个羟基是有7~10C的脂肪羧酸酯化,混合酯的分子量为460~4900是喷气引擎的润滑油。最好的混合酯是二戊酯-壬酯及二戊酯-庚酯。参照专利715,933和951,939。				
1960.3.11.		1964.		
951,939	C2C	04447		
1,1,1-三甲基乙烷混合酯的制备法				
分子量为390~460的混合酯是喷气引擎的润滑油,含有二个来自相同或不同脂族羧酸的酰基,(4~6C),另一酰基含7~10C。两个羟基最好用戊酸酯化。最合适的酯是二戊酯-壬酯及二戊酯-庚酯。参照专利715,933和951,938。				
1960.3.11.		1964.		
952,086	C2C	04448		
从烯烃制羰基化合物				
烯烃与氧或含氧气体在液体氧化还原催化剂(Pd盐或铜盐)存在下,于50~250°C时反应可生成羰基化合物。本专利中叙述从乙烯制乙醛的方法和所用反应器结构。				
1960.9.26.		1964.		
952,281	C2C	04449		
乙烯基氟化醚的制备方法				
氟化脂族羧酸酐或羰基氟与六氟环氧丙烷在催化剂存在时反应,所得反应产物在热解后可得题列化合物。催化剂是活性炭,碱金属氟化物,氟化银或季铵氟化物。反应在高极性溶剂中进行,这些氟化醚可按专利781,532进行均聚或与其他不饱和化合物共聚。				
1962.1.1.		1964.		
952,400	C2C	04450		
胍基酯酸乙酯的制备法				
卤代酯酸与N ₃ H ₄ 在NaOH存在时反应生成胍基酯酸钠,酸化后将钠盐分离和干燥,然后使与含HCl的乙醇反应以得酯的盐酸盐。				
952,690	C2C	04451		
单烯烃的氧化反应				
开键或环状4C或4C以上的单烯烃,如环己烯氧化为氢过氧化物可在液相用氧或空气进行。用1或1%以上(以烃计)的Ib, IIb和IV~VIII族的一种或几种金属为催化剂。反应温度最好0~150°C。				
1962.3.16.		1964.		
952,718	C2C	04452		
乙醛的制备法				
乙烯与氧及无水C ₁₋₄ 脂肪醇在60~100°C和1~50大气压时反应,以Cu, Zn, Cr, Mn, Fe, Ni或Co盐及Pd, Rh或Pt盐为催化剂(最好为Cu和Pd盐)可得乙醛。专利中有详细制法。				
1962.11.16.		1964.		
952,733	C2C	04453		
新型不饱和脂肪醇的制备方法				
具有下列分子式的醇R-CH=CH-CH=CH-(CH ₂) _n -CH ₂ OH(R是饱和或不饱和脂族烃基)具有诱感昆虫的作用。典型的有:十四烷-10,12-二烯-1-醇和十六烷-10,12,14-三烯-1-醇。专利中有上述两种化合物的制备方法。参照专利874,581和911,107。亦是专利952,342的一部分。				
1960.6.23.		1964.		
952,764	C2C	04454		
尿素的制备法				
氨与二氧化碳在较高温度和压力下反应可得尿素,反应中生成的含氨基甲酸铵的熔融尿素,在二氧化碳在50大气压时脱除氨基甲酸铵,后者以氨和二氧化碳的形式释出,两者可再用于合成尿素。				
1961.4.6.		1964.		
952,833	C2C	04455		
甲基丙烯酸甲酯的制备法				
用足够量的气体甲基异丁酸酯在400°C以上处理活性氧化铝,使氧化铝在有更多异丁酸甲酯通过,能生成更多的甲基丙烯酸甲酯。专利中叙述详细的制备方法。				
1960.3.30.		1964.		
952,834	C2C	04456		
甲基丙烯酸甲酯的制备法				
用异丁酸甲酯气体在至少400°C时处理活性氧化铝和1~1.5重量%三氧化钒或五氧化钒的混合物,使催化剂				

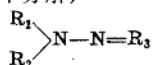
在更多异丁酸甲酯通过时或至少在 400°C 生成甲基丙烯酸甲酯, 然后使异丁酸甲酯通过所得催化剂。本专利是专利 952,833 的一部分。

1960.3.30. 1964.

952,893 C2C 04457

三氯乙烯的稳定

三氯乙烯中加入少量(即 0.001~1.0 重量%)下式踪之一, 可以使之稳定而不分解,



式中 R_1 是 C_{1-3} 的烷基, R_2 是 C_{1-3} 烷基, R_3 是 $>CH_2$ 或 $>CH\cdot CH_3$ 。

1961.1.20. 1964.

953,019 C2C 04458

甲基氯仿的稳定

在甲基氯仿中加入一种脂族一元酮和一种硝基烷, 即 2~5% 甲乙酮和 0.1~1% 硝基甲烷, 可防止由于金属而引起的分解。如再加入环氧化物(如 0.2% 环氧丁烷)可进一步增加稳定性。

1962.10.17. 1964.

953,212 C2C 04459

1,1,3,3-四甲基丁烷-2-醇的制备法

3,3-二甲氧基丁烷-2-酮与甲醛于 0~35°C 与水溶液介质中反应可得 1,1,3,3-四甲基丁烷-2-醇, 如再与甲醛可得 1,1,3,3-四甲基丁烷-2-醇。专利中尚叙述起始原料的制备方法。

1960.11.17. 1964.

953,285 C2C 04460

1,2,3-三氯丁烯-3 的制备法

1,3-二氯丁烯-2 与氯气在 20~70°C 逆流反应, 反应压力为 0.1~3 标准大气压, 反应时间为 5~15 分钟, 由逆流通入惰性气体以驱出未反应的氯及 HCl。粗产品经蒸馏后可得纯的 1,2,3-三氯丁烯-3。

1962.10.5. 1964.

953,291 C2C 04461

不结块尿素的生产方法

加热尿素结晶以使其表面熔融成薄膜, 然后快速冷却至 100°C 以下, 但注意不使晶体熔融在一起。例如结晶尿素放在转动的球磨机中, 吹入热空气至结晶尿素开始熔融, 然后停止送入热空气使之冷却, 即可得自由流动不结块的尿素。

1962.11.2. 1964.

953,389 C2C 04462

无水甲醛的制备方法

从含 10% 以下水的甲醛蒸气中回收无水甲醛, 可在 0~100°C 时用两组份液体混合物洗涤上述蒸气, 即可得无水甲醛。上述两组份液体混合物之一是能与水混溶, 而对甲醛是惰性的溶剂, 另一组份能溶解 10% 以下的水, 对甲醛亦是惰性的溶剂。

1961.3.9. 1964.

953,416 C2C 04463

新型腈的制备方法

具有下列通式的腈 $X-NH-CH(CN)-R$ (X 是萘基, 羧基, 烷基羧基, R 是 C_6 或较高的烷基)可由 $R-CH(CN)-OH$ 的氰醇和 XNH_2 胺反应而得。专利中有 α -(对羟基苯胺基)-正辛腈的详细制备方法。

1961.11.3. 1964.

953,495 C2C 04464

顺丁烯二酸盐的制备方法

顺丁烯二酸与三乙胺以等分子比进行反应, 然后用 2-氨基异丁醇, 三乙烯二胺, 1,2-双(二甲胺基)-乙烷, 1-氨基-3-二甲胺基丙烷或 1-二甲胺基-2-羧基丙烷中和可得相应的盐。本品是氨基塑料的熟化剂。

1962.3.28. 1964.

953,499 C2C 04465

一氯二甲基硫醚

二甲基硫醚与氯在硫醚的沸点以上和需要产品分解温度以下的温度范围内(100~250°C), 于稀释气体存在和相中反应可得一氯二甲基硫醚。

1962.6.7. 1964.

953,621 C2C 04466

ω -氨基癸酸的制备方法

ω -氨基壬酸的钠盐在甲醇或乙醇等溶剂中或在较高温度和压力下(90~120°C 和 100 大气压), 用雷尼镍进行加氢, 用强酸中和生成的 ω -氨基癸酸钠, 即可得题列化合物。

1962.3.14. 1964.

954,341 C2C 04467

尿素的结晶法

将含缩二脲的尿素溶液送入温度保持在 90°C 以上的结晶器中, 分离生成的尿素结晶及一部分母液, 从母液中分离缩二脲, 送回结晶器, 分离尿素结晶和缩二脲的速度保持在使结晶器的液体中的缩二脲的含量在 25% 以下。

1962.10.25. 1964.

954,425	C2C	04468	石蜡裂解所得的烯烃与不饱和的羧酸(如顺丁烯二酸酐)可得取代的羧酸,酸酐或其酯。专利中叙述有链烯取代的丁二酸的制备方法。
新型脂肪族醛,醇和酯			1960.11.22.
新型在主链上至少有5个碳原子, β -碳原子上有二个烷基或环烷基取代基,在 α -碳原子上至少有一个烷基或环烷基取代基。例如,2,2,3-三甲基-戊-4-烯醛,2,2-二甲基-3-乙基-4-烯醛,2-乙基-2,3-二甲基-己-4-烯醛。还叙述上醛相应的醇以及上述醇与二元羧酸所生成的酯。			1964.
1960.9.13.		1964.	
954,428	C2C	04469	无水甲醛单体的制备法
异丁烯与含其他烯烃的烃类的分离			将甲醛浓缩物(即含大量甲醛低聚物和小量水)在蒸馏塔中于80°C与惰性液体加热,使液体介质蒸发,甲醛分解成气相单体,冷却后使惰性液体与水冷凝,从而使与甲醛蒸气分离。
这种分离可以在-10~50°C用C ₁₄ 脂族羧酸(冰醋酸)在脱水磺酸盐阳离子交换树脂存在时处理。所得脂族酸的叔丁基酯与其他未反应气体分离。然后在同样离子交换树脂存在时加热回流使异丁烯再生。参照专利932,126。			1962.11.9.
1960.6.2.		1964.	1964.
954,533	C2C	04470	955,421
烯族羰基化合物的制备法			C2C
羰基羰基化合物与水在100~160°C通过固体羧酸型阳离子交换树脂时,脱水后可得烯族不饱和化合物。例如,二丙酮醇脱水得苯基化氧,缩乙醛脱水得巴豆醛;戊烷-2-醇-4-酮脱水为戊-2-烯-4-酮。本法可减少高分子量副产物。			04475
1962.4.13.		1964.	醛氧化为相应的羧酸
954,791	C2C	04471	本法是不用催化剂,将空气通入至少含有2%酸的液体醛类中,温度最好在50°C以上,如尾气中氧含量达4%(体积)时,即停止氧化。本专利叙述从丙醛制丙酸的过程。本法可防止过氧酸的积累。
氯乙烯的制备法			1961.1.9.
将液态烃注入富氢气体在氧中燃烧所得的热气体中进行热解,热解气急冷使乙炔稳定,然后经净化以除去炭黑。焦油和较高不饱和烃。将含乙炔和乙烯的气体与HCl通入内有HgCl ₂ 的第一反应炉,分离生成的氯乙烯,残余氯与氯在第二反应炉中,在FeCl ₃ 存在时反应生成二氯乙烷,分离净化,再热解为氯乙烯。生成的副产HCl可循环使用。			1964.
1960.11.30.		1964.	955,449
954,832	C2C	04472	C2C
醋酸叔丁酯的制备法			04476
异丁烯与含0.5%硫酸的醋酸混合物反应,用碱水溶液中和硫酸,蒸馏分离烃类,再用蒸馏分离生成的酯及醋酸。反应可以在气相或在加压下于液相进行。			丙酮-甲醛的缩合产品
1960.10.17.		1964.	在碱性催化剂存在时,使反应物分二段缩合。第一段在pH为8~9和0~20°C时进行,第二段在pH 10~11和60~100°C,产物每分子含1~4个甲醇基,可作橡胶的稳定剂及用于造纸,皮革和纺织工业。上述缩合催化剂是碱或碱土金属的氢氧化合物。
954,901	C2C	04473	1962.7.13.
取代羧酸的制备法			1964.
			955,453
			C2C
			04477
			氨基甲酰胺的制备法
			氨基和脂肪一元醇反应可生成相应的氨基甲酰亚胺醚,然后使与无水卤化氢在硼酸或Lewis酸催化剂存在时,于惰性溶剂中反应生成氨基甲酰胺及醇的卤化物。
			1962.9.10.
			1964.
			955,495
			C2C
			04478
			氯丁二烯的制备法
			3,4-二氯丁烯-1与碱金属水溶液在与水不混溶的有机相存在时脱氢生成氯丁二烯,然后在液相中分离氯丁二烯。反应在80~100°C和有聚合抑制剂存在时进行。
			1963.1.3.
			1964.
			955,682
			C2C
			04479
			芳族磺酰氯的制备法
			芳族化合物用氯磺酸磺化,用惰性有机混合物急冷反应

混合物,分离含有磺酰氯的溶剂,然后回收磺酰氯产品。专利中叙述从乙酰苯胺制备乙酰苯胺磺酰氯的方法。上述惰性溶剂可以烃或卤代烃(二氯甲烷)。

1960.8.15. 1964.

955,752 C2C 04480

1,2-二氯化烃的制备方法

烯烃,氯化氢气体与含氧气体,以载附在氧化铝上的氯化铜为催化剂于流化床中反应可得题列化合物。专利中叙述流化床设备的结构和从乙烯,氯化氢和空气制备二氯乙烷的方法。

1962.3.20. 1964.

955,898 C2C 04481

氨基甲酸酯或异氰酸酯的制备法

无水氯化氢与脂族碳原子上有氯的异氰酸酯反应可得题列化合物。反应最好在 $-20\sim 20^{\circ}\text{C}$ 时进行,所得氨基甲酸酯然后在氮或二氧化碳中加热可生成异氰酸酯。例如, HF 与对三氯甲基苯基异氰酸酯在 $18\sim 20^{\circ}\text{C}$ 反应4小时,真空蒸馏后,在二甲苯中加热至 135°C ,可得三氯甲基苯基异氰酸酯。

1962.2.20. 1964.

956,063 C2C 04482

己二腈的制备方法

己二酸与氨在脱水催化剂存在时加热,分离己二腈以后所得残渣中含 β -氰基戊酸酰胺,在液相和减压下与脱水剂加热使酰胺转化为己二腈。

1962.1.19. 1964.

956,100 C2C 04483

伯醇氧化为相应的羧酸

伯醇在碱性水溶液中用过氧化镍为催化剂氧化可得相应的羧酸。专利中有过氧化镍催化剂的制备方法。

1962.8.24. 1964.

956,107 C2C 04484

环己酮肟的制备法

硝基环己基脱氢后所得产物,用 N_2 或 H_2 等惰性气覆盖,然后在氧化银,氧化铬,氧化锌或氧化钙等还原催化剂存在时于 $135\sim 170^{\circ}\text{C}$ 加热。利用本法在不需将未反应的硝基环己烷循环的条件下,可增加环己酮肟的收率。

1962.10.5. 1964.

956,116 C2C 04485

二环己基胺的制备方法

将等分子量的苯酚和苯胺混合,使混合物在室温 $\sim 100^{\circ}\text{C}$

和100磅/时²(或以下)的条件加氢,以金属钨为催化剂,可得97~99%二环己基胺。参照美国专利2,571,016。

1963.1.18. 1964.

956,412 C2C 04486

羧酸酯的制备方法

饱和一元或多元羧酸或酯与环氧乙烷在水溶液反应介质中反应可得羧酸酯。上述水溶液介质含有(1) C_{1-4} 脂族饱和羧酸的酰胺,(2) C_{1-4} 脂族饱和羧酸N-取代的酰胺,(3)中性碱金属盐,(4)与一元或多元羧酸能生成能溶于水的中性碱土金属盐及(5)中性铵盐。专利中叙述从对苯二甲酸-甲酯与环氧乙烷反应制取对苯二甲酸甲酯 β -羧乙酯的方法。

1962.4.11. 1964.

956,607 C2C 04487

过氧乙酸的生产方法

醋酐与氧在17.5%(对乙醛)过氧醋酸的溶剂存在时进行气相反应可得过氧乙酸,溶剂可以是丙酮,二氯甲烷,醋酸甲酯及醋酸乙酯。参照专利547,333和927,053。

1962.9.6. 1964.

956,618 C2C 04488

含氯化氢的氯乙烯净化方法

将含氯化氢的氯乙烯蒸气与Fe, Ni或Co的氯化物在 $0\sim 100^{\circ}\text{C}$ 时接触。例如,含1份氯乙烯,100ppm丁二烯和0.6份HCl的混合物,在 20°C 与 FeCl_3 /滑石催化剂接触,用水洗滌除去 H_2O 后,氯乙烯中的丁二烯含量可降低至2ppm。所得氯乙烯可用于生产聚合物。参照专利836,970。

1962.10.15. 1964.

956,630 C2C 04489

一元或多元环脂醇和/或相应的醇醚或单烷基或多烷基环脂族醚的制备方法

单烷基或多烷基取代的芳族化合物和/或相应的化合物制备成 $\text{pH}>7$ 的水溶液,然后用氢在钨催化剂存在时加氢即得题列化合物。专利中叙述苯酚,苯甲醚和对二甲氧基苯的加氢过程。

1962.4.13. 1964.

956,657 C2C 04490

氯乙烯的制备方法

过量乙烯与氯在460毫米汞柱和 $340\sim 400^{\circ}\text{C}$ 时反应可得氯乙烯。或者乙烯在稀释剂(N_2 , CO , CO_2)中与氯在上述温度和压力时反应亦可生成氯乙烯,反应可在紫外光辐射下进行,可减少副产品生成。

1962.10.2. 1964.

956,673	C2C	04491	957,000	C2C	04497
羧酸酯的制备方法			叔丁基烷基醚的制备方法		
在 $\text{—C}=\text{C—}$ 基团邻位有 $\text{—CH}_2\text{—}$ 基团的有机化合物, 在溶液中与氧在无水条件下反应可得羧酸酯。溶液中还含有由 Co, Br 和羧酸组成的催化剂、羧酸和羧酸的碱金属盐。专利中叙述 3-醋酸基环己烯的制法。			使裂解气的 C_4 馏份中的异丁烯与脂族, 环脂族或芳基脂族的饱和或不饱和伯醇或仲醇在有阳离子交换树脂存在时反应可得叔丁基烷基醚。反应温度为 $0\sim 100^\circ\text{C}$, 压力为 $0\sim 300$ 大气压。上述离子交换树脂系由 90% 苯乙烯和 10% 二乙烯苯聚合和磺化而得。		
1963.4.11.		1964.	1962.1.5.		1964.
956,719	C2C	04492	957,003	C2C	04498
脂族二腈的制备方法			次亚乙烯基碳酸酯的制备法		
使溶于 C_{6-18} 脂族腈溶液中油酸, 亚油酸, 妥尔油脂肪酸或米糖油脂肪酸或腈或酰胺在 $10\sim 50^\circ\text{C}$ 进行臭氧化, 分解生成的臭氧化物, 用 O_2 处理使产物氧化, 用氨加热使酸的混合物腈化使生成脂族二腈或单腈, 后者分离后可得二腈。腈化催化剂是钼酸和磷酸。			一氯乙烯碳酸酯在 $270\sim 450^\circ\text{C}$ 于气相用 IB, IIB 或 VIII 族金属催化剂进行脱氢可得次亚乙烯基碳酸酯。专利有详细的制备方法以及催化剂的制备方法。		
1960.10.30.		1964.	1962.3.27		1964.
956,779	C2C	04493	957,022	C2C	04499
己二酸的制备方法			不饱和腈的制备方法		
环己烷与氧在 $125\sim 135^\circ\text{C}$ 于液相反应使 5~15% 原料氧化, 从液体产物中分离环己烷。液体产物中含环己醇和环己酮在溶液存在时用分子氧进行氧化使成己二酸。反应用醋酸钴或环烷酸钴为催化剂。参照专利 941,662。			丙烯或异丁烯与氨和分子氧, 用“固体磷酸”催化剂, 于 $300\sim 700^\circ\text{C}$ 进行气相反应可生成丙烯腈或甲基丙烯腈。“固体磷酸”是磷酸的混合物或化合物。其中活性组份是 Ti, Mn, Fe, Co, Ni, Ce, Pb, Bi, Th, V, Nb 化合物中的一种或几种, 最合适的是钼酸铋, 钨酸铋, 磷钼酸铋或磷钨酸铋。参照专利 874,593。		
1960.6.17.		1964.	1960.7.18.		1964.
956,780	C2C	04494	957,102	C2C	04500
己二酸的制备方法			尿素的制备方法		
在羧酸溶剂中, 使环己醇和/或环己酮用氧气氧化所得的产物的溶液加热, 以硫酸, 盐酸或磷酸为酸化催化剂, 除去溶剂使己二酸浓缩, 然后结晶回收己二酸。参照专利 956,779。			一氧化碳或含一氧化碳的气体与硫蒸气在 $300\sim 700^\circ\text{C}$ 反应 1~20 秒可得巯基硫, 冷却后加入氨, 将混合物在 $60\sim 100^\circ\text{C}$ 时通过活性炭可生成尿素。同时亦有少量硫化氢生成。尿素可用水溶解与炭分离, 然后结晶析出。本法可避免使用高压及耐腐蚀设备。		
1961.8.21.		1964.	1961.8.8.		1964.
956,887	C2C	04495	957,632	C2C	04501
甲乙酮的净化方法			醇的制备法		
含氯化产品(如氯代酮)、水和醛等杂质的甲乙酮的净化是使此不纯物与碱金属氢氧化合物于 $90\sim 150^\circ\text{C}$ 接触, 压力保持在使有机相汽化损失, 分离有机相, 然后用蒸馏法回收净化的酮。			三乙基铝或三高级烷基铝分两段用含氧气体氧化。第一段氧的分压为 $1\sim 10$ 磅/吋 ² 绝压, 第二段 $5\sim 75$ 磅/吋 ² 绝压, 温度均为 $-25^\circ\sim 150^\circ\text{C}$ 生成的醇铝水解后可得醇。		
1961.12.22.		1964.	1961.12.14		1964.
956,914	C2C	04496	957,679	C2C	04502
N,O-二甲基胺的分离			羧酸的酯化		
题列化合物与 O-甲基胺的分离是将甲醛加于混合物中, 分离生成的 O-甲基甲醛腈。甲醛最好加于酸性溶液中, 并以气体形式分离 O-甲基甲醛腈。			熔融的一元或二元羧酸或酸酐在酸或酸盐酯化催化剂存在时, 通入醇的蒸气, 反应在减压下进行, 将生成的酯蒸气通入分馏塔加以回收。专利中叙述月桂酸甲酯的制备。		
1962.5.22.		1964.			

方法。
1960.9.7 1964.

957,779 C2C 04503

甲基丙烯酸甲酯的制备法

硫酸与丙酮氰醇反应生成甲基丙烯酸酰胺,然后与甲醇与水加热,沉降后分离有机相,其中含有甲基丙烯酸甲酯和甲基丙烯酸。然后从其中萃取甲基丙烯酸甲酯。
1960.7.28. 1964.

957,952 C2C 04504

过氧酯及酰基过氧化物的净化方法

上述有机过氧化物用氨处理时可除去中性和酸性杂质。最好用稀氨水洗滌过氧化物,氨处理后用水洗滌和干燥。可用本法净化的过氧化物有:丙酰基-3,5,5-三甲基己酰基过氧化物,乙酰基-3,5,5-三甲基己酰基过氧化物和双-3,5,5-三甲基己酰基过氧化物等。
1962.1.19. 1964.

957,979 C2C 04505

酯的制备法

将 C_{1-10} 醇加于含有烯键不饱和和 C_{10-20} 的羧酸在 $100\sim 180^{\circ}\text{C}$ 于气相反应,反应在硫酸氢钾存在时进行,同时从反应中除去生成的水。专利中叙述制备油酸的甲酯、乙酯、异丙酯和异壬酯与十一碳烯酸甲酯的详细方法。
1960.9.26. 1964.

958,225 C2C 04506

α,β -烯键不饱和羧酸的制备法

在 α -碳原子上至少有一个取代氢原子,同时没有惰性烷基以外的其他取代基的一元羧酸的丙酯与 H_3PO_4 加热到羧酸的沸点以上,反应在加压下进行,可得不饱和羧酸。专利中详细叙述从丙内酯制备丙烯酸的方法。
1960.10.30. 1964.

958,226 C2C 04507

丙烯酸的制备法

将阻聚剂在所得的压力的露点以上的温度,引入气相丙烯酸中,然后使与阻聚剂一并冷凝成液体。所用阻聚剂为对苯二酚或对苯二酚的一甲醚。本专利是 958,225 的一部分。
1960.10.20 1964.

958,581 C2C 04508

乙烯二胺的制备法

将 HCN , HCHO 水溶液, NH_3 和 H_2 送入反应段,原料

中不含羧基乙腈和氨基乙腈,反应混合物在至少为 3000 磅/时² 压力时加热至 $90\sim 130^{\circ}\text{C}$ 。反应时有 Ni 或 Co 加氢催化剂存在,可生成乙烯二胺。 HCN 和 HCHO 转化为乙烯二胺的转化率都为 82%。
1960.7.29. 1964.

958,637 C2C 04509

亚硝基环己烷的制备法

氧化氮与环己烷的混合物用波长小于 $4000\text{ \AA}$ 的紫外光照射,两者的分子比小于 24:1,可得亚硝基环己烷。上述辐射的温度为 $6\sim 50^{\circ}\text{C}$ 。
1963.3.21. 1964.

958,654 C2C 04510

多元醇的制备法

甲醛与高级醛在缩合剂存在时进行醛缩合反应,然后经 Cannizarro 反应可得季戊四醇。
1959.12.15. 1964.

958,694 C2C 04511

反丁烯二酸的制法

顺丁烯二酸水溶液与能提供溴的水溶性物质(如溴, HBr , NH_4Br , NaBr 等)及氧化剂(过氧化物)在 $70\sim 100^{\circ}\text{C}$ 反应,可得反丁烯二酸。顺丁烯二酸最初浓度约 $10\sim 70\%$; 溴化物存在量约相当于 0.001% NH_4Br (以顺丁烯二酸计),氧化剂的标准氧化-还原电势至少是 1.23 伏。最后从冷却的反应混合物中回收结晶的反丁烯二酸。参照专利 958,695。
1961.7.6. 1964.

958,695 C2C 04512

白色反丁烯二酸的制备法

有色的顺丁烯二酸水溶液在 $55\sim 85^{\circ}\text{C}$ 与水溶性能提供溴的物质及氧化剂接触(标准氧化-还原电势至少为 1.23 伏)。最后从冷却的反应混合物中回收结晶的反丁烯二酸。参照专利 958,694。
1961.7.6. 1964.

958,696 C2C 04513

白色反丁烯二酸的制备法

苯催化氧化为顺丁烯二酸酐,用水吸收以得顺丁烯二酸的水溶液,然后与吸附剂接触可得在 Gardner 计上颜色不超过 7 的产品。最后在溴化铵和过硫酸铵存在时异构为反丁烯二酸,异构温度为 $40\sim 130^{\circ}\text{C}$ 。
1961.6.16. 1964.

958,866 C2C 04514

硫化乙烯的制备法

过量乙烯碳酸酯与 KCNS 在无水条件, 于 $95\sim 125^{\circ}\text{C}$ 加热可得硫化乙烯。反应时, 将 KCNS 絡續以恒定的速度加于反应混合物中, 使常有过量乙烯碳酸酯存在。专利中有詳細的制备方法。

1962.9.13. 1964.

959,875 C2C 04515

純濃醋酸的制备方法

用蒸馏法从脂族羧液相氧化所得的混合物回收純粹的浓醋酸。第一段蒸出 106°C 以下馏份以与共沸物分离, 然后以气相蒸出酸混合物, 引入第二蒸馏段使 $H_2O/H\cdot COOH$ /苯以共沸物蒸出, 然后再蒸出高浓度醋酸, 所得浓醋酸可再在镍催化剂上进行加氢淨化。

1962.11.23. 1964.

958,896 C2C 04516

氰醇的制备方法

将脂族羰基化合物(乙醛, 巴豆醛或丙酮)与氢氰酸引入
内有碱性催化及稀释剂(即所得氰醇产品)的反应器, 温
度为 $-10 \sim +4^{\circ}\text{C}$, pH 为 7~9, 进行反应可得氰醇。本
专利是专利 892,781 的补充。

1961.3.30. 1964.

958,937 C2C 04517

4-氨基-2,2-二甲基丁醛的制备法

1分子异丁醇醛与2~4分子丙烯腈在碱金属氢氧化合物催化剂存在时,于50~95°C反应可得腈列化合物。反应后使混合物冷却,用醋酸中和,蒸馏除去过量丙烯腈。残留物在10毫米汞柱下蒸馏,腈列化合物的收率可达97.5%。

1962.3.27. 1964.

959,119 C2C 04518

甲基丙烯酸和酸性硫酸铵的制备法

甲基丙烯酸酰胺硫酸盐, 即丙酮氰醇和浓硫酸加热处理的均相混合物用水或水蒸汽在 125~185°C 及高压下水解时可得题列化合物。然后使熔融的酸性硫酸铵无水相和生成的甲基丙烯酸分离。

1962.1.26. 1964.

959,162 C2C 04519

縮醛和羧酸的制备法

羧酸酯与甲醛在酸性催化剂存在时加热可得题列化合物。羧酸酯可含有醇。本法可从某些过程中(在制造聚乙烯醇时生成的醋酸甲酯/甲醇的副产品混合物)的不需要副产物的酯和醇的共沸物生成有用的产品。

1963.2.25. 1964.

959,205 C2C 04520

羧酸的制备方法

由巯基合成而得的 C_{5-7} 脂族醛或 C_{5-10} 的环脂族醛，在有高表面填充物料的氧化管中，以薄膜型式与含氧气体反应，可得相应的羧酸。反应不用催化剂。本专利是专利 931,589 的补充。

1960.11.23. 1964.

959,218	C2C	04521
---------	-----	-------

环氧丙烷的制备方法

将分子氧在 100~200°C 和 200~2,000 磅/吋² 压力的条件下通入丙烯在液体烃(苯等)的溶液中, 仍然在加压使反应混合物与水接触以萃取生成的环氧丙烷进入水相(在 20°C 以下)。未反应的丙烯和溶液循环至氧化段。

1962.8.30. 1964

959,233 C2C 04522

甲基三甲醇基甲烷或乙基三甲醇基甲烷的回收

从含有碱金属甲酸盐和在制备三甲醇基化合物中生成的有机杂质的混合物中回收题列化合物，是加入足量量的有机高沸点与水不混溶的惰性液体以分离三甲醇基化合物，加热蒸发除去水份及其他挥发性杂质，使残留的杂质与有机液体及三甲醇基化合物分离，然后从有机液中回收三甲醇基化合物。

1963.1.18. - 1964

959,337 C2C 04523

二叔烷基过氧化物的制备方法

叔醇和/或叔烯烃与 H_2O_2 或叔烷基过氧化氢化物在硫酸存在时反应可得题列化合物。专利中叙述二叔丁基过氧化物和二叔戊基过氧化物的方法。

1962.1.18. 1964.

959,354 C2C 04524

环己酮肟的制备法

含环己酮的反应产物与脲胺水溶液反应生成脲肟，用20%氢氧化钠萃取，萃取物用环己烷逆流处理，然后用脲胺硫酸盐的水溶液使脲沉淀。

1962.8.29. 1964.

959,366 C2C 04525

α -氯烷基磺酰氯的制备法

将硫代硫酸钠与甲醛的混合物加于 HCl 中, 温度约上升至 90°C, 然后将混合物冷却至 -10°C 进行氯化, 再将此混合物倾于冰水中, 用醚萃取, 最后从醚萃取液中回收氮甲基磺酰氟。

1963.3.19. 1964.

