



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

ОПУБЛИКОВАНО
для служебного пользования экз №

Б И 19 92 № 3

(09) **SU** (11) **1218633**

A

(51) **6 C 07 C 11/22**

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 3772955/23-04

(22) 13.07.84

(72) А.П. Воронков, О.А. Придачин,
Л.Я. Бутко, Ю.Б. Пятнова и Л.П. За-
визон

(53) 547.314(088.8)

(56) Патент США № 2846491,
кл. 260-678, 1958.

Патент Великобритании № 853111,
кл. 2(3)в, 1960.

(54) (57) 1. СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ Н-АЛ-
КИНОВ-1 С ЧИСЛОМ УГЛЕРОДНЫХ АТОМОВ
ОТ 5 ДО 12 путем взаимодействия
ацетилен с металлическим натрием
в среде жидкого аммиака с получением
ацетиленида натрия с последующим от-
делением аммиака и добавлением орга-
нического растворителя, алкилирова-
нием суспензии ацетиленида натрия
галоидным алкилом с последующим раз-
ложением полученной реакционной
массы алкилирования и выделением

целевого н-алкина-1 из продуктов раз-
ложения с использованием перегонки,
отличающийся тем, что,
с целью упрощения технологии про-
цесса, в качестве органического раст-
ворителя используют N-метилпирроли-
дон-2 при молярном соотношении нат-
рий:N-метилпирролидон-2, равном
1:2,6-4,7, и алкилирование ведут при
10-30°C, разложение реакционной
массы алкилирования и выделение це-
левого продукта проводят путем обра-
ботки водным раствором соляной кис-
лоты с концентрацией 5-15 мас.%
с последующим отделением органичес-
кого слоя, промывкой его водой и
перегонкой.

2. Способ по п. 1, отли-
чающийся тем, что процесс
ведут при молярном соотношении нат-
рий:галоидный алкил, равном 1,2-
1,5:1.

(09) **SU** (11) **1218633** **A**

РГФ-К

РГФ

Изобретение относится к способам получения н-алкинов-1 и может быть использовано в химической и смежных с ней областях промышленности.

Целью настоящего изобретения является упрощение технологии процесса получения н-алкинов-1 за счет упрощения выделения целевого продукта, получения целевого продукта высокой степени чистоты, снижения коррозионной активности реакционной среды, возможности повторного использования растворителя.

В приведенных примерах, иллюстрирующих эффективность использования предлагаемого способа, теоретический выход целевого продукта представлен в расчете на исходный галоидалкил, степень конверсии — общая степень конверсии галоидалкила.

Пример 1. Иллюстрирует получение н-пентина-1 при температуре алкилирования 0°C, молярных соотношениях натрий:N-метилпирролидон-2, равном 1:2,6; натрий:галоидалкил, равном 1,2:1, и концентрации HCl в водных растворах для разложения реакционной массы, равной 5 мас.%.
5

В реакционную четырехгорлую колбу емкостью 1 л, охлаждаемую сухим льдом, снабженную мешалкой и обратным холодильником, охлаждаемым смесью сухого льда с ацетоном, загружают 500 мл (20М) жидкого аммиака, и при постоянном перемешивании 27,7 г (1,2 М) металлического натрия с одновременной подачей ацетилена со скоростью 100 мл/ч (2М). Загрузку натрия осуществляют при температуре (-40°C) с такой скоростью, чтобы не было интенсивного синего окрашивания раствора.
10

После загрузки всего натрия подачу ацетилена прекращают, обратный холодильник убирают, испаряют 2/3 объема жидкого аммиака. После этого в реактор загружают 300 мл (3,1 М) обезвоженного N-метилпирролидона-2. При этом оставшийся аммиак испаряется.
15

Затем устанавливают обратный холодильник с водяным охлаждением и к полученной суспензии ацетиленида натрия в N-метилпирролидоне-2 прибавляют 123 г (1М) бромистого пропилла. Реакцию синтеза (алкилирования ацетиленида натрия бромистым пропи-

лом) н-пентина-1 осуществляют при температуре 0°C. Время реакции 6 ч.
20

Полученную реакционную смесь разлагают 5%-ным водным раствором соляной кислоты до нейтральной или слабокислой реакции водного слоя для нейтрализации непрореагировавшего ацетиленида натрия и аммиака. После четкого расслаивания водный слой декантируют, а органический промывают водой для окончательной отмывки от солей (NaCl и NaBr) и N-метилпирролидона-2. После расслаивания водный слой декантируют, объединяют с водным слоем предыдущей операции и направляют на регенерацию N-метилпирролидона-2.
25

Органический слой подвергают перегонке под атмосферным давлением. В результате получают бесцветный н-пентин-1 с температурой кипения 40,0-40,3°C, содержанием основного вещества 99,2 мас.%, выходом 37,0% от теоретического. Степень конверсии составляет 62%.
30

Пример 2. Иллюстрирует получение н-пентина-1 при температуре алкилирования 10°C.

Получение н-пентина-1 осуществляют в условиях примера 1 при температуре алкилирования ацетиленида натрия бромистым пропилом, равной 10°C.
35

В результате получают бесцветный н-пентин-1 с температурой кипения 40-40,2°C, содержанием основного вещества 99,2 мас.%, выходом 72% от теоретически возможного. Степень конверсии 99,5%.
40

Пример 3. Иллюстрирует получение н-пентина-1 при температуре алкилирования 20°C.

Получение н-пентина-1 осуществляют в условиях примера 1 при температуре алкилирования, равной 20°C.
45

В результате получают бесцветный н-пентин-1 с температурой кипения 40-40,3°C, содержанием основного вещества — 99,0 мас.%, выходом 71% от теоретически возможного. Степень конверсии 99,6%.
50

Пример 4. Иллюстрирует получение н-пентина-1 при температуре алкилирования 50°C.

Получение н-пентина-1 осуществляют в условиях примера 1 при температуре алкилирования, равной 50°C. Время реакции алкилирования 4 ч.
55

В результате получают бесцветный н-пентин-1 с температурой кипения 40,0-40,5°C, содержанием основного вещества 98,9 мас.%, выходом 60% от теоретически возможного. Степень конверсии 98%.

Пример 5. Иллюстрирует получение н-пентина-1 при молярном соотношении натрий:N-метилпирролидон-2, равном 1:2,75.

Получение н-пентина-1 осуществляют в условиях примера 2, при этом используют 27,7 г (1,2М) натрия и 320 мл (3,3М) N-метилпирролидона-2.

В результате получают бесцветный н-пентин-1 с температурой кипения 40-40,3°C, содержанием основного вещества 99,4 мас.%, выходом 78% от теоретически возможного. Степень конверсии 99,5%.

Данные материального баланса приведены в табл. 1 и 2.

Пример 6. Иллюстрирует получение н-пентина-1 при молярном соотношении натрий:N-метилпирролидон-2, равном 1:3,2, и концентрации HCl - 10 мас.%.

Получение н-пентина-1 осуществляют в условиях примера 5 при использовании 27,7 г (1,2М) металлического натрия, 370,4 мл N-метилпирролидона-2 и концентрации HCl 10 мас.%.

В результате получают бесцветный н-пентин-1 с температурой кипения 40-40,3°C, содержанием основного вещества - 99,0 мас.%, выходом 76% от теоретически возможного. Степень конверсии 99,5%.

Пример 7. Иллюстрирует получение н-гептина-1 при температуре алкилирования 12°C, молярных соотношениях натрий:N-метилпирролидон-2, равном 1:3,1, и натрий:галоидалкил, равном 1,3:1, и концентрации HCl, равной 15 мас.%.

В реакционную четырехгорлую колбу емкостью 1 л, охлаждаемую сухим льдом, снабженную мешалкой и обратным холодильником, охлаждаемым смесью сухого льда с ацетоном, загружают 500 мл (20М) жидкого аммиака, и при постоянном перемешивании 37,0 (1,6М) металлического натрия.

Дальнейшие операции по получению ацетиленида натрия и синтезу н-гептина-1 алкилированием его бромистым амилом выполняют в условиях

примера 1 при скорости подачи ацетилена 120 мл/ч (5,4М), количестве N-метилпирролидона-2 482 мл (4,9М), бромистого амила 182 г (1,2М), температуре алкилирования 12°C и использовании 15%-ного водного раствора соляной кислоты для разложения реакционной массы. Длительность реакции синтеза составила 5 ч.

В результате получен бесцветный н-гептин-1, кипящий при 99,5-100°C при давлении 760 мм рт.ст., содержащий 98,5 мас.% основного вещества, с выходом 80% от теоретически возможного. Степень конверсии 99,8%.

Пример 8. Иллюстрирует получение н-додецина-1 при температуре алкилирования 0°C, молярных соотношениях натрий:N-метилпирролидон-2, равном 1:4,7; натрий:галоидалкил, равном 1,2:1, и концентрации HCl в водных растворах для разложения реакционной массы, равной 5 мас.%.

В реакционную четырехгорлую колбу емкостью 0,5 л, охлаждаемую сухим льдом, снабженную мешалкой и обратным холодильником, охлаждаемым смесью сухого льда с ацетоном, загружают 200 мл (8М) жидкого аммиака и при постоянном перемешивании 9,2 г (0,4М) металлического натрия с одновременной подачей ацетилена со скоростью 60 мл/ч (2,7М). Дальнейшие операции по загрузке натрия осуществляют в условиях примера 1, причем загрузка N-метилпирролидона-2 составила 180 мл (1,87М) при температуре синтеза н-додецина-1 алкилированием ацетиленида натрия 75 мл (0,33М) бромистого децила, равной 0°C. Время реакции 5 ч.

По окончании реакции алкилирования в реакционную смесь вводят 5%-ный водный раствор соляной кислоты и далее выполняют операции, описанные в примере 1.

В результате получают бесцветный н-додецил-1, кипящий при 105-107°C при остаточном давлении 20 мм рт.ст., содержащий 98,5 мас.% основного вещества, с выходом 56% от теоретически возможного. Степень конверсии 95,6%.

Пример 9. Иллюстрирует получение н-додецина-1 при температуре алкилирования 23°C.

Получение н-додецина-1 осуществляют в условиях примера 8 при температуре алкилирования ацетиленид натрия бромистым децилом, равной 23°C. Время реакции 5 ч.

В результате получают бесцветный н-додецин-1, кипящий при 105-107°C при остаточном давлении 20 мм рт.ст., содержащий 98,8 мас.% основного вещества, с выходом 78% от теоретически возможного. Степень конверсии 99,7%.

Пример 10. Иллюстрирует получение н-додецина-1 при температуре алкилирования 30°C.

Получение н-додецина-1 осуществляют в условиях примера 8 при температуре алкилирования, равной 30°C. Время реакции 4,5 ч.

В результате получают бесцветный н-додецин-1, кипящий при 105-107°C при 20 мм рт.ст., содержащий 98,9 мас.% основного вещества, с выходом 74% от теоретически возможного. Степень конверсии 99,8%.

Пример 11. Иллюстрирует получение н-додецина-1 при температуре алкилирования 50°C.

Получение н-додецина-1 осуществляют в условиях примера 8 при температуре синтеза 50°C и длительности синтеза 4 ч.

В результате получают бесцветный н-додецин-1, кипящий при 105-107°C при 20 мм рт.ст., содержащий 98,5 мас.% основного вещества с выходом 70% от теоретически возможного. Степень конверсии 99,4%.

Пример 12. Иллюстрирует получение н-додецина-1 при молярном соотношении натрий:N-метилпирролидон-2, равном 1:3,7.

Получение н-додецина-1 осуществляют в условиях примера 9 при использовании 9,2 г (0,4М) металлического натрия и 145 мл (1,48М) N-метилпирролидона-2.

В результате получают бесцветный н-додецин-1, кипящий при 105-107°C при 20 мм рт.ст., содержащий 98,9 мас.% основного вещества, с выходом 75% от теоретически возможного. Степень конверсии 99,6%.

Пример 13. Иллюстрирует получение н-додецина-1 при молярном соотношении натрий:галогидалкил, равном 1,5:1.

Получение н-додецина-1 осуществляют в условиях примера 9 при использовании 9,2 г (0,4М) металлического натрия и 56 мл (0,27М) бромистого децила.

В результате получают бесцветный н-додецин-1, кипящий при 105-107°C при 20 мм рт.ст., содержащий 98,8 мас.% основного вещества, с выходом 83% от теоретически возможного. Степень конверсии 99,7%.

Пример 14. Иллюстрирует получение н-додецина-1 при молярных соотношениях натрий:N-метилпирролидон-2, равном 1:3,2; натрий:галогидалкил, равном 1,41:1, и концентрации HCl 15 мас.%.

В реакционную четырехгорлую колбу емкостью 4 л, охлаждаемую сухим льдом, снабженную мешалкой и обратным холодильником, охлаждаемым смесью сухого льда с ацетоном, загружают 2 л (80М) жидкого аммиака и при постоянном перемешивании 92 г (4М) металлического натрия с одновременной подачей ацетилена со скоростью 140 мл/час (6,3М) при температуре (-50)°C. Загрузку натрия производят с такой скоростью, чтобы не было интенсивного синего окрашивания раствора.

Затем выполняют операции, описанные в примере 8, при этом в реакционную колбу прибавляют 1,25 л (12,7М) обезвоженного N-метилпирролидона-2 при использовании 670 г (2,76М) бромистого децила и температуре алкилирования, равной 23°C. Время реакции 5 ч.

По окончании реакции алкилирования в реакционную смесь вводят 15%-ный водный раствор соляной кислоты до нейтральной или слабокислой реакции водного слоя. Последующие операции по выделению н-додецина-1 выполняют так, как описано в примере 1.

В результате получают бесцветный н-додецин-1, кипящий при 105-107°C при остаточном давлении 20 мм рт.ст., содержащий 98,6 мас.% основного вещества, с выходом 82% от теоретически возможного. Степень конверсии 99,8%.

Пример 15. Иллюстрирует получение н-додецина-1 при молярных соотношениях натрий:N-метилпирролидон-2, равном 1:3,7; натрий:галогидалкил,

равном 1,5:1, и при концентрации HCl 10 мас.%.
:

В реакционную четырехгорлую колбу емкостью 5 л, охлаждаемую сухим льдом, снабженную мешалкой и обратным холодильником, охлаждаемым смесью сухого льда с ацетоном, загружают 2,5 л (100М) жидкого аммиака и при постоянном перемешивании 115,2 г (5М) металлического натрия с одновременной подачей ацетиленом со скоростью 180 мл/ч (8,47М) при температуре (-50)°С.

Далее выполняют операции, описанные в примере 8, при этом в реакционную колбу прибавляют 1,8 л (18,77М) обезвоженного N-метилпирролидона-2. Затем выполняют операции по примеру 9 при использовании в качестве алкилирующего агента 759,4 (3,43М) бромистого децила.

Время реакции 5 ч.

По окончании реакции алкилирования в реакционную смесь вводят 10%-ный водный раствор соляной кислоты и далее выполняют операции, описанные в примере 1.

Молярное соотношение

натрий:N-метилпирролидон

1:2,6-2,75 1:3,1 1:3,2-4,7

Молярное соотношение натрия:галогидный алкил

1,2:1 1,3:1 1,2-1,5:1

Температура синтеза n-алкина-1, °С

10-20 12 20-30

Концентрация водного раствора HCl для разложения реакционной смеси, мас.%

5-10 15 5-15

Выход n-алкина-1 от теоретически возможного, %

71-78 80 74-86

Содержание основного вещества, мас.%

98,9-99,4 98,5 98,5-98,8

Выбор пределов молярного соотношения натрия:N-метилпирролидон-2, равного 1:2,6-4,7, обусловлен тем, что в этих пределах наблюдается максимальный выход n-алкинов-1, не уступающий выходам известных способов.

Нижний предел этого соотношения определяется минимальным коли-

В результате получают бесцветный n-додецин-1, кипящий при 105-107°С при остаточном давлении 20 мм рт.ст., содержащий 98,8 мас.% основного вещества, с выходом 86% от теоретически возможного. Степень конверсии 99,84%.

Данные материального баланса приведены в табл. 3 и 4.

Пример 16. Иллюстрирует получение n-додецина-1 при молярном соотношении натрия:N-метилпирролидон-2, равном 1:4,9).

Получение n-додецина-1 осуществляют в условиях примера 9 при загрузке 9,2 г (0,4 М) металлического натрия и 190 мл (2М) N-метилпирролидона-2.

В результате получают бесцветный n-додецин-1 с температурой кипения 105-107°С при 20 мм рт.ст., содержанием основного вещества 98,8 мас.%, выходом 84% от теоретически возможного. Степень конверсии 99,9%.

В табл. 5 сведены результаты осуществления предлагаемого способа по всем примерам.

Как следует из табл. 5 оптимальными условиями получения n-алкинов-1 являются следующие:

чеством растворителя, необходимым для наличия жидкой фазы в реагирующей системе.

Верхний предел упомянутого соотношения, равный 1:2,75, например, для n-пентина-1 и 1:4,7 для n-додецина-1, определяется тем, что более высокий избыток растворителя не приводит к увеличению выхода це-

левого продукта, но при этом появляются дополнительные затраты на выделение избытка N-метилпирролидона-2 из водного слоя (см. примеры 6, 16).

Выбор пределов молярного соотношения натрия:галоидалкил, равного 1,2-1,5:1, обусловлен тем, что в этих пределах достигается необходимая степень превращения (>99%) галоидалкила, содержание которого регламентируется в товарном продукте.

Нижний предел этого соотношения определяется количеством механических потерь суспензии на стенках реактора при ее перемешивании.

Большой избыток натрия по отношению к галоидалкилу, чем 1,2:1, например, для n-пентина-1 и 1,5:1 для n-додецина-1, приводит к перерасходу водного раствора HCl при разложении реакционной массы.

В пределах температур 10-30°C получен максимальный выход целевых

продуктов, например для n-пентина-1 от составил 71-78%, для n-додецина-1 74-85% в расчете на галоидалкил.

Снижение температуры алкилирования, например, до 0°C, приводит к снижению скорости реакции и, следовательно, к снижению выхода целевого продукта и увеличению времени проведения синтеза (см. примеры 8).

Увеличение температуры алкилирования, например, до 50°C приводит к снижению выхода целевого продукта (см. примеры 4, 11) за счет повышения выхода побочных продуктов.

Использование концентрации HCl ниже 5 мас.% приводит к снижению съема продукта с единицы объема реактора за счет увеличения объема, применяемого для разложения реакционной массы, водного раствора соляной кислоты.

Увеличение концентрации HCl свыше 15 мас.% приводит к образованию в реакторе пены и трудноотделимой эмульсии.

Т а б л и ц а 1
А. Материальный баланс синтеза n-пентина-1
в оптимальных условиях (пример 5)

Компоненты	Количество		
	г	г-моль	мас. %
Загружено			
Аммиак жидкий, в том числе	340,0	20,00	25,59
аммиак 100%-ный	339,6	19,98	
вода с аммиаком	0,4	0,02	
Натрий металлический	27,7	1,20	2,09
Ацетилен, в том числе	53,0	2,04	3,99
ацетилен 100%-ный	53,0	2,04	
инерты (N ₂ +O ₂)	0,05	-	
диацетилен	0,02	-	
N-Метилпирролидон, в том числе	330,3	3,34	24,86
N-метилпирролидон 100%-ный	327,0	3,30	
примеси с N-МП	3,3	0,04	
Пропил бромистый, в том числе	125,5	1,04	9,45

Продолжение табл. 1

Компоненты	Количество		
	г	г-моль	мас. %
пропил бромистый 100%-ный	123,0	1,00	
примеси с пропилом бромистым	2,5	0,04	
Водный раствор HCl, в том числе	200,0	10,83	15,05
соляная кислота 100%-ная	10,0	0,27	
вода с кислотой	190,0	10,56	
Вода на промывку органического слоя (пентина-сырца)	252,0	14,00	18,97
Итого:	1328,5	52,45	100,00
Получено			
Органический слой (ПН-сырец)			
Легкокипящий компонент	0,1	-	0,16
Пентин-1	53,7	0,79	83,90
Гексан	0,8	0,01	1,25
Пропил бромистый	0,6	-	0,94
Высококипящие компоненты	8,8	0,06	13,75
Всего	64,0	0,86	100,0
Сконденсированный аммиак на стадии замены растворителя:			
Жидкий NH_3	334,0	19,65	99,46
Растворенный ацетилен	1,8	0,07	0,54
Всего	335,8	19,73	100,00
Водный слой:			
Вода	442,5	24,58	49,07
N-метилпирролидон	315,0	3,18	34,94
Пентин-1	3,0	0,04	0,33
Натрий бромистый	85,7	0,33	9,50

Продолжение табл. 1.

Компоненты	Количество		
	г	г-моль	мас. %
Натрий хлористый	12,9	0,22	1,43
γ -Бутиролактон	1,0	0,01	0,11
Четвертичные аммониевые соли	25,6	0,16	2,84
Неидентифицированные компоненты	16,0	2,34	1,77
Всего	901,7	30,83	100,00
Газовые выбросы:			
Ацетилен	10,3	0,40	38,15
Этилен	16,6	0,59	61,48
Азот, кислород, водород	0,1	0,01	0,37
Всего	27,0	1,00	100,00
Итого	1328,5	52,45	

Т а б л и ц а 2

Б. Материальный баланс выделения товарного пентина

Компоненты	Загружено				Получено	
	Пентин-сырец		Товарный пентин-1		Кубовый остаток	
	г	мас. %	г	мас. %	г	мас. %
Легкокипящий компонент	0,1	0,16	0,1	0,19	-	-
п-Пентин-1	53,7	83,90	53,1	99,44	0,6	5,66
Гексан	0,8	1,25	0,2	0,37	0,6	5,66
Пропил бромистый	0,6	0,94	-	-	0,6	5,66
Высококипящие компоненты	8,8	13,75	-	-	8,8	83,02
Всего	64,0	100,00	53,4	100,00	10,6	100,00
Распределение пентина по фракциям	-	100	-	98,88	-	1,12

Т а б л и ц а 3

А. Материальный баланс синтеза н-додецина-1
в оптимальных условиях (пример 15)

Компоненты	Количество		
	г	г-моль	мас. %
Загружено	1701,7	100,09	26,34
Аммиак жидкий, в том числе	1700,0	100,00	-
аммиак 100%-ный	1,7	0,09	-
вода с аммиаком	115,2	5,00	1,49
Натрий металлический	220,5	8,47	2,85
Ацетилен, в том числе	220,2	8,47	-
ацетилен 100%-ный	0,2	-	-
инерты (N_2+O_2)	0,1	-	-
диацетилен			
N-Метилпирролидон, в том числе	1860,1	18,77	24,00
	1841,5	18,58	-
N-МП 100%-ный	18,6	0,19	-
примеси с N-МП			
Децил бромистый "г"	782,9	3,58	10,10
в том числе	759,4	3,43	-
децил бромистый 100%-ный			
примеси с децилом бромистым	23,5	0,15	-
Водный раствор HCl, в том числе	730,0	38,50	9,42
	73,0	2,00	-
соляная кислота 100%-ная	657,0	36,50	-
вода с кислотой			
Вода на промывку органического слоя (додецин-сырца)			
Итого	7410,4	285,52	100,00
Получено			
Органический слой (додецин-сырец):			

Продолжение табл. 3

Компоненты	Количество		
	г	г-моль	мас. %
Децен-1	25,9	0,18	4,40
Легкокипящий компонент	8,2	0,05	1,40
n-Додецин-1	500,0	3,00	85,00
Децил бромистый	1,2	-	0,20
Высококипящие компоненты	52,9	0,20	9,00
Всего	588,2	3,43	100,00
Сконденсированный аммиак на стадии замены растворителя:			
Жидкий аммиак	1681,6	98,92	99,46
Растворенный ацетилен	9,1	0,35	0,54
Всего	1690,7	99,27	100,00
Водный слой:			
Вода	2658,6	147,70	53,13
N-метилпирролидон	1820,0	18,37	36,37
Децен-1	0,4	-	0,01
Додецин-1	3,0	0,92	0,06
Натрий бромистый	314,9	3,06	6,29
Натрий хлористый	113,4	1,94	2,27
γ-Бутиролактон	7,8	0,10	0,16
Третичные амины	72,7	0,36	1,45
Неидентифицированные компоненты	12,9	6,50	0,26
Всего	5003,7	178,05	100,00
Газовые выбросы			
Ацетилен	58,9	2,27	46,08
Этилен	68,6	2,45	53,68

Продолжение табл 3

Компоненты	Количество		
	г	г-моль	мас. %
Водород	0,1	0,05	0,08
Азот	0,1	-	0,08
Кислород	0,1	-	0,08
Всего	127,8	4,77	100,00
Итого	7410,4	285,52	

Т а б л и ц а 4

В. Материальный баланс выделения товарного н-додецина-1

Компоненты	Загружено				Получено			
	Додецин-сырец		Легкая фракция		Товарный н-додецин-1		Кубовый остаток	
	г	мас. %	г	мас. %	г	мас. %	г	мас. %
Децен-1	25,9	4,40	25,4	68,65	0,5	0,10	-	-
Легкокипящий компонент	8,2	1,40	6,2	16,76	2,0	0,40	-	-
н-Додецин-1	500,0	85,00	5,4	14,59	490,5	98,80	4,1	7,50
Децил бромистый 1,2	0,2	-	-	-	0,6	0,12	0,6	1,10
Высокикипящие компоненты	52,9	9,00	-	-	2,9	0,58	50,0	91,40
Итого	588,2	100,00	37,0	100,00	496,5	100,00	54,7	100,00
Распределение н-додецина-1 по фракциям	-	100	-	1,00	-	98,10	-	0,82

Т а б л и ц а 5
Показатели осуществления предлагаемого способа получения н-алкинов-1 с числом углеродных атомов от 5 до 12

Пример	Молярные соотношения реагентов		Температура на стадии алкинирования, °С	Время синтеза, мин	Концентрация водного раствора HCl, мас. %	Качество н-алкина-1		Выход н-алкина-1 от теоретически возможного, %	Степень конверсии галогенида, %	Полученный н-алкин-1
	Натрий: N-метилпирролидон-2	Натрий: галогенид алкина				T _{тип} , °С	Содержание основного вещества, мас. %			
1	1:2,6	1,2:1	0	6	5	40-40,3	99,2	37	62	н-пентин-1
2	1:2,6	1,2:1	10	6	5	40-40,2	99,2	72	99,5	н-пентин-1
3	1:2,6	1,2:1	20	6	5	40-40,3	99,0	71	99,6	н-пентин-1
4	1:2,6	1,2:1	50	4	5	40-40,5	98,9	60	98,0	н-пентин-1
5	1:2,75	1,2:1	10	6	5	40-40,3	99,4	78	99,5	н-пентин-1
6	1:3,2	1,2:1	10	6	10	40-40,3	99,0	76	99,5	н-пентин-1
7	1:3,1	1,3:1	12	5	15	99,5-100	98,5	80	99,8	н-гептин-1
8	1:4,7	1,2:1	0	5	5	105-107	98,5	56	95,6	н-додецин-1
9	1:4,7	1,2:1	23	5	5	105-107	98,8	78	99,7	н-додецин-1
10	1:4,7	1,2:1	30	4,5	5	105-107	98,8	74	99,8	н-додецин-1
11	1:4,7	1,2:1	50	4	5	105-107	98,5	70	99,4	н-додецин-1
12	1:3,7	1,2:1	23	5	5	105-107	98,8	75	99,6	н-додецин-1
13	1:4,7	1,5:1	23	5	5	105-107	98,8	83	99,7	н-додецин-1
14	1:3,2	1,41:1	23	5	15	105-107	98,6	82	99,8	н-додецин-1
15	1:3,7	1,5:1	23	5	10	105-107	98,8	86	99,8	н-додецин-1
16	1:4,9	1,2:1	23	5	5	105-107	98,8	84	99,9	н-додецин-1

Примечание: В примерах 8-16 приведенная T_{тип} н-додецина-1 измерена при 20 мм рт.ст.

Составитель А. Петрусенко

Редактор И. Шубина Техред О. Лайкун Корректор М. Самборская

Заказ 214/ДСП Тираж 261 Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР

по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ИИП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4