

公告本

申請日期	87.9.29
案 號	87116167
類 別	C07C 47/21, B01J 23/72

Int. Cl⁶

A4
C4

498064

(以上各欄由本局填註)

發明專利說明書

一、發明 名稱	中 文	7-辛烯-1-醛之製法
	英 文	PROCESS FOR PRODUCING 7-OCTEN-1-AL
二、發明 創作人	姓 名	1. 津田智康 2. 時任康雄 3. 渡邊和則 4. 堀 啟志
	國 籍	1-4 皆屬日本
	住、居所	1. 岡山縣倉敷市酒津1621 2. 新潟縣北蒲原郡中条町倉敷町2番28號 3. 岡山縣倉敷市酒津1621 4. 岡山縣倉敷市酒津2045-1
三、申請人	姓 名 (名稱)	可樂麗股份有限公司 (株式會社クラレ)
	國 籍	日本
	住、居所 (事務所)	岡山縣倉敷市酒津1621番地
	代 表 人 姓 名	松尾博人

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大 類：
I P C 分類：

A6
B6

本案已向：

日 本 國 (地 區) 申請專利，申請日期： 案號： ，☒有 ☐無主張優先權
1997年 9月30日 特願平9-266232號 (主張優先權)

有關微生物已寄存於： ，寄存日期： ，寄存號碼：

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

五、發明說明 (1)

發明之領域

本發明係關於一種藉由將 2,7-辛二烯-1-醇異構化成 7-辛烯-1-醛而製造 7-辛烯-1-醛之方法，其含具有高反應性之終端雙鍵與醛基，作為用於各種工業化學物之起始物質非常有用。

例如，7-辛烯-1-醛藉氫甲基化轉化成 1,9-壬醛，其可產生用以合成聚合物之各種起始物質，如 1,9-壬二醇、壬二酸與 1,9-壬二胺。7-辛烯-1-醛亦可藉由在如鈷鹽、錳鹽、鎳鹽、銅鹽或鐵鹽之觸媒之存在下以氧氧化轉化成 7-辛烯酸。此外，7-辛烯-1-醛可藉還原轉化成 7-辛烯-1-醇或 1-辛醇，或可藉雙鍵之還原與醛基之氧化轉化成癸酸。

先行技藝之說明

日本專利公告 60378/1987 與日本專利申請案公開 118535/1983 揭示一種製造 7-辛烯-1-醛之方法，其包含在選自包括銅觸媒與鉻觸媒之觸媒之存在下，將 2,7-辛二烯-1-醇異構化。日本專利申請案公開 218638/1990 (專利 2565561 號) 揭示一種製造 7-辛烯-1-醛之方法，其包含在至少一種選自包括正辛醇、3-辛醇與 7-辛烯-1-醇之化合物以基於 2,7-辛二烯-1-醇之重量為 50 至 200 重量 % 之量之共存下，及在含至少兩種選自包括銅、鉻與鋅之金屬之金屬氧化物觸媒之存在下，在 180 至 250℃ 之溫度將 2,7-辛二烯-1-醇異構化。

日本專利公告 60378/1987 與日本專利申請案公開

五、發明說明(2)

118535/1983 揭示之方法具有問題，其不可避免地副製造 2,7-辛二烯-1-醛，其難以藉蒸餾分離產物 7-辛烯-1-醛，及副產生 2,7-辛二烯-1-醛，其為用於氫甲基化之觸媒毒物，在所得 7-辛烯-1-醛形成 1,9-壬二醛之氫甲基化中降低 1,9-壬二醛之產率。此事實由日本專利申請案公開 218638/1990 之說明為明顯的，在反應依照日本專利公告 60378/1987 之實例所示之步驟及重複使用相同之觸媒而進行時，趨於發生副產生 2,7-辛二烯-1-醛之逐漸增加。敘述於日本專利申請案公開 218638/1990 之方法確實降低副產生之 2,7-辛二烯-1-醛之量至降低程度。其實例 2 顯示在 7 小時反應後僅 0.7% 之副產物，其為實例中之最大值。然而，使用此方法必需在反應時藉脫氫各轉化作為產生氫之正辛醇與 3-辛醇成為正辛醛（沸點 173℃ / 760 毫米汞）與 3-辛酮（沸點 168℃ / 760 毫米汞），其各具有非常接近所需產物 7-辛烯-1-醛（沸點 174℃ / 760 毫米汞）之沸點。結果，敘述於日本專利申請案公開 218638/1990 之方法具有問題，其非常難以藉蒸餾分離所需產物與這些副產物。

為了解決敘述於日本專利申請案公開 218638/1990 之方法之以上問題，需要發展一種方法，其不使用形成上述副產物之正辛醇、3-辛醇或 7-辛烯-1-醇。本發明人因此已詳細研究 7-辛烯-1-醛由 2,7-辛二烯-1-醇之形成。然後發現反應為形式異構化反應，其包含 2,7-辛二烯-1-醇之烯丙醇部份之脫氫以形成 2,7-辛二烯-1-醛，及

五、發明說明(3)

繼而與醛基共軛之碳-碳雙鍵之氫化以形成7-辛烯-1-醛。因此，在此反應中2,7-辛二烯-1-醛之副產生由脫氫形成之氫不僅被形成7-辛烯-1-醛之氫化消耗，亦用於各種副反應之事實造成，因而造成一部份之中間產物2,7-辛二烯-1-醛殘留在反應區中。事實上，本發明人依照本說明書中比較例1、3、4與5所示之步驟進行異構化，以證實2,7-辛二烯-1-醛大量副產生。本發明人亦已發現，長時間異構化，如本說明書之比較例6所示，副產生之2,7-辛二烯-1-醛之量增加，同時，2,7-辛二烯-1-醛之轉化降低，使得對7-辛烯-1-醛之選擇性降低。總之，發現之嚴重問題為2,7-辛二烯-1-醛降低本發明異構化之催化活性。

此外，在反應藉反應-蒸餾法進行之處，其在日本專利公告60378/1987、日本專利申請案公開118535/1983與日本專利申請案公開218638/1990中視為特佳具體實施例，發生另一個問題，其不可避免地累積源自副反應形成之醛之高沸副產物，其造成產率降低。

因此，為了長時間進行反應操作，抑制降低催化活性之2,7-辛二烯-1-醛及高沸副產物之形成為重要的。如上所述，7-辛烯-1-醛由2,7-辛二烯-1-醇之形成涉及之機構為形式異構化，其包含2,7-辛二烯-1-醇之烯丙醇部份之脫氫以形成2,7-辛二烯-1-醛，及繼而與醛基共軛之碳-碳雙鍵之氫化以形成7-辛烯-1-醛。2,7-辛二烯-1-醛之副產生由以上脫氫形成之氫不僅被7-辛烯-1-醛

五、發明說明(4)

之氫化消耗，亦用於各種副反應之事實生成，其使2,7-辛二烯-1-醛之氫化不足，及因此造成此醛殘留於反應區中。殘留2,7-辛二烯-1-醛藉由將氫加入反應區之氫化，其為昂貴的，可降低最終反應混合物中之2,7-辛二烯-1-醛之含量。由此觀點，本發明人決定詳細研究氫化條件。日本60378/1987之說明書敘述"異構化反應較佳為在反應條件下為惰性之氣體氣氛中進行。全部或部份之惰氣可被氫氣取代。在反應進行在氫之共存下時，氫分壓較佳為保持在低於10個大氣壓力。在氫分壓超過10個大氣壓力時，氫化反應盛行，不利地造成朝向7-辛烯-1-醛之選擇性之降低；及相同之敘述揭示於日本專利申請案公開118535/1983之說明書中。然而，日本專利公告60378/1987之說明書僅在實例2與3給予氫氣氛各為43%與73%下對7-辛烯-1-醛之異構化結果，及未給予關於加入氫量之敘述。日本專利申請案公開118535/1983之說明書僅在實例4與6給予在氫氣流動各為92%與79%下朝向7-辛烯-1-醛之選擇性之結果。本發明人已研究此反應及發現朝向7-辛烯-1-醛之選擇性低，即，在此反應中其他氫化產物之副產生盛行，及觸媒之活性隨反應進行而降低，如此說明書之比較例7所示。順便地，這些先行技藝文獻中揭示之觸媒為用於氫化之已知觸媒。然後易於預期氫對反應區之加成造成各種氫化副反應，及在一些情形，可造成產物7-辛烯-1-醛進一步氫化，因而降低對7-辛烯-1-醛之選擇性。然而，這些

五、發明說明 (5)

先行技藝文獻未給予關於氫加成抑制 2,7-辛二烯-1-醛之副產生之效果之具體說明。

發明之概要

對氫化加成之方法與使用量等之廣泛研究之結果，本發明人已發現，令人驚奇地，藉由在銅觸媒之存在下進行反應，同時控制 2,7-辛二烯-1-醇與氫間之比例在指定範圍內，可抑制 2,7-辛二烯-1-醛之副產生而不降低對產物 7-辛烯-1-醛之選擇性，及在氣相進行反應，其利於產物自反應區之快速移除，可抑制高沸副產物之形成，而長時間之安定反應操作變為可能的。本發明已基於以上發現而完成。

本發明提供一種藉由將 2,7-辛二烯-1-醇異構化成 7-辛烯-1-醛而製造 7-辛烯-1-醛之方法，其包含在銅觸媒之存在下將 2,7-辛二烯-1-醇與氫進料至反應區，同時控制 2,7-辛二烯-1-醇對氫之莫耳比例在 99/1 至 75/25 之範圍內，及在氣相中進行異構化。

較佳具體實施例之詳細說明

在本發明中，與 2,7-辛二烯-1-醇一起進料之氫量關於 2,7-辛二烯-1-醇對氫之莫耳比例在 99/1 至 75/25 之範圍內。此範圍對應 2,7-辛二烯-1-醇與氫之生成混合物中之 1 至 25 莫耳 % 之氫。2,7-辛二烯-1-醇對氫之莫耳比例較佳為在 97/3 至 80/20 之範圍內。如果氫以 2,7-辛二烯-1-醇對氫之莫耳比例超過 99/1 使用，即，包括兩種成份之混合物中低於 1 莫耳 % 之氫，則僅產生小的抑

五、發明說明(6)

制 2,7-辛二烯-1-醛副產生之效果。另一方面，氫以 2,7-辛二烯-1-醇對氫之莫耳比例小於 75/25 之使用，即，包括兩種成份之混合物中超過 25 莫耳% 之氫之量，降低對 7-辛烯-1-醛之選擇性。

用於本發明方法之銅觸媒之實例為還原銅、雷氏銅、銅-鋅氧化物、銅-鉻氧化物、銅-鋁氧化物、銅-鐵-鋁氧化物、銅-鋅-鋁氧化物與銅-鋅-鈦氧化物。這些金屬氧化物，其為商業製造且易於得到，亦可依照敘述於，例如，1967年2月25日由知人書館有限公司頒布之"觸媒化學講座10；元素系觸媒表 365-367"之方法製備。這些觸媒可使用選自鎢、鉬、銻、鉛、錳、鈦、鉕等之其他金屬成份部份改性。這些觸媒亦可以載於如氧化鋁、矽石或矽藻土之載體上之形式用。這些觸媒可在使用前使其表面以鹼金屬及／或鹼土金屬預先處理。這些觸媒可單獨或以 2 或更多種之組合使用。

希望藉由在使用前以氫處理而活化觸媒，其確定較高催化活性之發生。

在本發明之方法中，進料 2,7-辛二烯-1-醇與氫時，通式(I)表示之第一或第二醇可與 2,7-辛二烯-1-醇一起進料



其中 R^1 與 R^2 各表示氫原子，或烷基、烯基、芳基或環烷基，其可為經取代；或 R^1 與 R^2 一起表示由結合 R^1 與 R^2 形成之環烷基，其可為經取代。

五、發明說明(7)

更具體而言，式(I)中之 R^1 與 R^2 各表示氫原子，具有1至10個碳原子之線形或分支烷基，或烯基、芳基或環烷基，其可以具有1至3個碳原子之低碳烷基或苯基取代；或 R^1 與 R^2 一起表示環烷基，其可以具有1至3個碳原子之低碳烷基取代。

可用於本發明之第一或第二醇之實例為飽和第一醇，例如，甲醇、乙醇、正丙醇、正丁醇、異丁醇、正戊醇、異戊醇、2-甲基-1-丁醇、新戊醇、正己醇、2-甲基-1-戊醇、2-乙基-1-丁醇、正庚醇、正辛醇、2-乙基-1-己醇、正壬醇、3,5,5-三甲基-1-己醇與正癸醇；未飽和第一醇，例如，烯丙醇、甲基烯丙醇、2-丁烯醇、4-戊烯-1-醇、3-甲基-3-丁烯-1-醇、3-甲基-2-丁烯-1-醇、5-己烯-1-醇與7-辛烯-1-醇；芳烷基第一醇，例如，苄醇；線形第二醇，例如，2-丙醇、2-丁醇、2-戊醇、3-戊醇、4-甲基-2-戊醇、2-庚醇、2-辛醇、3-辛醇與二異丁基甲醇；及環形第二醇，例如，環戊醇、環己醇與甲基環己醇。這些醇可單獨或以2或更多種之組合使用。

本發明之方法可在大氣壓力下，在一定壓力下或在低壓下進行，至於反應裝置，例如，可使用一般之固定床流動系統反應裝置。流動系統反應之使用利於產物自反應區之快速移除，因而抑制來自含醛基化合物之高沸副產物之形成。

在進行本發明之方法時，在混合2,7-辛二烯-1-醇與

五、發明說明(8)

氫，如果需要，及第一或第二醇，及惰性載體氣體時，希望使混合氣體接觸銅觸媒。然而，此惰性載體氣體之使用在本發明之方法中並非重要的。因此，2,7-辛二烯-1-醇可僅混合氫，如果需要，及第一或第二醇，及所得混合氣體可作為氣態起始物質。氮有利地作為可用於本發明方法中之惰性載體氣體。

反應溫度較佳為在100至260℃之範圍，更佳為160至240℃之範圍。在低於100℃之溫度，反應趨於非常緩慢地進行。另一方面，在高於260℃之溫度，發生所使用觸媒之燒結，使得觸媒隨沈澱於表面上之金屬銅降解，因而降低選擇性與觸媒壽命。

本發明之方法可在2,7-辛二烯-1-醇之廣泛範圍之液體小時空間速度(LHSV)進行。LHSV之較佳範圍為0.01至20小時⁻¹，及0.5至10小時⁻¹之範圍更佳。低於0.01小時⁻¹之LHSV，其造成非常低之7-辛烯-1-醛生產力，無法用於商業規模。另一方面，超過20小時⁻¹之LHSV降低2,7-辛二烯-1-醇之轉化。

反應形成之7-辛烯-1-醛可藉一般蒸餾自反應混合物分離。

本發明之其他特點在以下例示具體實施例之詳細說明變為明顯的，其為了本發明之描述而給予及不意圖限制之。在以下實例與比較例中，使用以下之簡稱。

GHSV：氣體小時空間速度（小時⁻¹）；定義為：

[進料氣體通過觸媒總體積之每小時體積] / [觸媒總體積]

五、發明說明 (9)

LHSV: 液體小時空間速度 (小時⁻¹) ; 定義為:

[進料液體通過觸媒總體積之每小時體積] / [觸媒總體積]

使用以下之反應裝置, 及以下之定量分析、觸媒活化處理與反應壓力。

反應裝置

具有 24 毫米內徑與 720 毫米總長及其內部裝有溫度計鞘管之石英玻璃管充填 25 毫米之銅觸媒。使用之銅觸媒均為模塑片及具有約 65 毫米之觸媒層長度。管在觸媒層下之底部充填具有 5 毫米平均顆粒直徑之玻璃球, 及在其上約 150 毫米高度上充填相同之玻璃球, 其組成預熱區。觸媒與玻璃球部份在圓柱形電烤箱中加熱及測量觸媒層之溫度, 其為反應溫度, 及調整至指定溫度。反應管之底部裝有冷卻裝置, 取樣器, 回收器與冷卻閘, 使得蒸餾之反應混合物可回收。使用計量進料泵以將 2,7-辛二烯-1-醇以指定速率進料, 及使用可調整組合物與流速之氣體混合物以將氮與氫進料。

反應混合物之分析與定量分析

蒸餾物在指定間隔取樣及使用 J & W 科學公司製造之毛細管柱 (DB-WAX, 30 米, 直徑: 0.25 毫米, 膜: 0.25 μ m) 接受氣態層析及以三甘醇二甲醚作為內標準物質。

分析條件

注射溫度與偵檢溫度: 280℃

溫度提高程式: 100℃ (保持 2 分鐘) $\rightarrow$ 6℃ / 分鐘 $\rightarrow$ 240℃ (保持 5 分鐘)。

五、發明說明 (10)

以氫處理之觸媒活化

充填觸媒之反應裝置內部已充份地以氮取代後，觸媒層逐漸加熱同時氮以 $GHSV=300$ 小時⁻¹ 進料。觸媒層之溫度超過 120°C 後，引入含 3% 之氫之氮 / 氫混合氣體。氫之混合比例逐漸增加，同時小心以保持觸媒層溫度不超過 220°C 以防止劇烈之熱產生。在不再觀察到熱產生時，觸媒層之溫度在 200 至 220°C 維持 4 至 5 小時，同時僅氮以 $GHSV=300$ 小時⁻¹ 進料。

反應步驟

觸媒之活化處理完成後，在連續地引入氫時，反應層之溫度調整至比意圖反應溫度低約 20°C 。進料然後改變成具有指定氮 / 氫比例之混合氣體，其以指定之 $GHSV$ 進料。然後，2,7-辛二烯-1-醇以指定之 $LHSV$ 進料及調整加熱以得到所需溫度。在反應溫度保持固定時，蒸餾物在固定時間取樣及接受分析。

實例 1 至 5 及比較例 1 至 5

以各種銅觸媒進行反應，2,7-辛二烯-1-醇之 $LHSV$ 設為 1.5 小時⁻¹，及使用各種反應溫度與混合氮 / 氫氣體之組成物。表 1 顯示所使用銅觸媒之組成物及其表 2 顯示 2-小時反應後之反應結果。

五、發明說明 (11)

表 1 使用之銅觸媒

(均由 Nikki 化學有限公司製造)

代 碼	組 成 物 (重 量 %)			
N202D	CuO:38.5	Cr ₂ O ₃ :35.6	MnO ₂ :2.0	
N202E	CuO:39.8	Cr ₂ O ₃ :41.1	MnO ₂ :1.9	BaO:1.7
E26L	Cu:23.7	Fe:20.9	Al:18.6	Zn:1.3
N211	CuO:49.0	ZnO:43.6		

片 之 平 均 直 徑 : ϕ 5x5 (N202D, N202E, E26L)
 ϕ 6x6 (N211)

實 例 1 至 5 及 比 較 例 1 至 5 之 結 果 明 確 地 顯 示 , 在 以
各 種 銅 觸 媒 製 造 7-辛 烯 -1-醛 之 反 應 中 , 氫 之 共 存 降 低
副 產 生 之 2,7-辛 二 烯 -1-醛 之 量 。 由 比 較 例 2 之 結 果 亦
了 解 , 超 過 本 說 明 書 中 指 定 範 圍 之 共 存 氫 之 量 降 低 對 所
需 7-辛 烯 -1-醛 之 選 擇 性 。

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

裝

表2

	觸媒	N ₂ /H ₂ (vol)	ODA/H ₂ 莫耳比例	溫度 (℃)	ODA之 轉化 (%)	選擇性 (%)						
						OD	OL	7-OEL	ODL	OA	7-OEA	H.B.
實例 1	N202D	95/5	90.5/9.5	240	97.1	3.0	13.0	71.4	3.6	1.2	6.4	0.6
實例 1	N202D	90/10	82.7/17.3	240	96.8	3.1	11.7	68.9	2.2	1.9	11.6	0.4
實例 1	E26L	95/5	90.5/9.5	200	95.3	2.5	2.9	78.5	5.0	0.3	8.7	1.3
實例 4	N211	95/5	90.5/9.5	240	85.4	2.0	6.7	67.6	6.9	1.1	10.2	4.7
實例 5	N202E	90/10	82.7/17.3	240	94.3	4.1	12.5	63.5	3.6	1.4	7.5	6.2
比較例 1	N202D	100/0	—	240	86.4	1.6	7.4	70.2	12.5	0.5	4.7	0.7
比較例 2	N202D	80/20	70.7/29.3	240	97.4	3.7	9.4	58.6	1.1	3.2	19.3	1.8
比較例 3	N202E	100/0	—	240	74.0	2.4	7.2	52.6	13.9	0.6	5.3	13.9
比較例 4	E26L	100/0	—	200	93.8	2.4	4.8	77.2	9.8	0.2	4.0	1.0
比較例 5	N211	100/0	—	240	87.1	1.7	5.4	67.9	11.5	0.6	5.9	5.6

GHSV: 480(hr⁻¹), ODA LHSV: 1.5(hr⁻¹)

代碼

OD: 辛二烯, ODA: 2,7-辛烯-1-醇, OL: 1-辛醛, 7-OEL: 7-辛烯-1-醛, ODL: 2,7-辛二烯-1-醛,
7-OEA: 7-辛烯-1-醇, OA: 1-辛醇, H.B.: 高沸化合物

五、發明說明(12)

五、發明說明 (13)

實 例 6

反應以銅-鐵-鋁觸媒 (E26L; Nikki 化學有限公司製造) 在 220℃ 之反應溫度及以 1.5 小時⁻¹ 之 LHSV 進料 2,7-辛二烯-1-醇及以 480 小時⁻¹ 之 GHSV 進料 95/5 體積比氮/氫混合氣體而進行。以上體積比例對應 90.5/9.5 之 2,7-辛二烯-1-醇對氫之莫耳比例。反應結果隨時間之改變示於表 3。應了解即使在反應操作連續 200 小時後，亦得到良好之反應結果。

表 3

反應時間 (小時)	選 擇 性		
	2,7-辛二烯-1-醇之轉化 (%)	7-辛烯-1-醛 (%)	2,7-辛二烯-1-醛 (%)
5	99.0	76.8	3.3
50	95.8	78.2	3.1
100	96.1	77.4	3.3
200	95.5	76.7	3.7

比 較 例 6

反應以銅-鐵-鋁觸媒 (E26L; Nikki 化學有限公司製造) 在 220℃ 之反應溫度及以 1.5 小時⁻¹ 之 LHSV 進料 2,7-辛二烯-1-醇及以 480 小時⁻¹ 之 GHSV 進料氮氣而進行。反應結果隨時間之改變示於表 4。應了解在此使用之條

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

象

五、發明說明 (14)

件無氫之存在造成 2,7-辛二烯-1-醛之大量副產生，及轉化與選擇性之降低。

表 4

反應時間 (小時)	2,7-辛二烯-1-		選擇性	
	醇之轉化 (%)	7-辛烯-1-醛 (%)	2,7-辛二烯-1-醇 (%)	2,7-辛二烯-1-醛 (%)
5	93.6	76.0	10.0	
50	87.5	73.6	11.5	
100	76.6	72.2	13.1	

實例 7

反應以銅-鐵-鋁觸媒 (E26L; Nikki 化學有限公司製造) 在 220°C 之反應溫度及以 1.7 小時⁻¹ 之 LHSV 進料 90/10 莫耳比 2,7-辛二烯-1-醇 / 7-辛烯-1-醇混合氣體及以 480 小時⁻¹ 之 GHSV 進料 98/2 體積比氮 / 氫混合氣體而進行。以上體積比例對應 96/4 之 2,7-辛二烯-1-醇對氫之莫耳比例。反應結果隨時間之改變示於表 5。應了解即使在經過 100 小時之時間後，完全未發生催化活性之改變。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

五、發明說明 (15)

表 5

反應時間 (小時)	2,7-辛二烯-1-醇之轉化		選擇性	
	(%)	7-辛烯-1-醛 (%)	2,7-辛二烯-1-醛 (%)	
5	98.7	85.0	0.6	
50	99.0	85.2	0.7	
100	98.5	85.1	0.8	

比較例 7

連接蒸餾裝置，裝有電磁攪拌器，及液體入口與另一個氣體入口之100毫升三頸燒瓶，裝以30毫升之2,7-辛二烯-1-醇與2.0克之雷氏銅（Kawaken精密化學有限公司製造），及浸於油浴中，其溫度維持在205℃。隨混合物在此燒瓶中之劇烈攪拌，氫氣以30公升/小時之速率引入燒瓶中，及2,7-辛二烯-1-醇以170毫升/小時之速率連續地引入。以170毫升/小時之速率收集蒸餾物時，控制反應燒瓶中內容物之體積以維持約30毫升。反應開始後，蒸餾物以上述之相同方法定期地分析。結果示於表6。應了解朝向7-辛烯-1-醛之選擇性及觸媒活性隨反應進行而降低。

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

象

五、發明說明 (16)

表 6

反應時間 (小時)	2,7-辛二烯-1-	選擇性	
	醇之轉化 (%)	7-辛烯-1-醛 (%)	2,7-辛二烯-1-醛 (%)
5	93.1	9.1	0.2
50	86.8	8.9	0.5
100	59.2	8.5	1.1

在表 2 至 6 中，選擇性為基於起始物質 ODA 而計算。

明顯地，本發明關於以上教示之許多變化及修改為可能的。因此應了解在所附申請專利範圍之範圍內，本發明可如在此特別指定以外而實行。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

象

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

四、中文發明摘要 (發明之名稱： 7-辛 烯 -1-醛 之 製 法)

一 種 藉 由 將 2,7-辛 二 烯 -1-醇 異 構 化 成 7-辛 烯 -1-醛 而 製 造 7-辛 烯 -1-醛 之 方 法 , 包 含 在 銅 觸 媒 之 存 在 下 將 2,7-辛 二 烯 -1-醇 與 氫 進 料 至 反 應 區 , 同 時 控 制 2,7-辛 二 烯 -1-醇 對 氫 之 莫 耳 比 例 在 99/1至 75/25之 之 範 圍 內 , 及 在 氣 相 中 進 行 異 構 化 。 此 方 法 長 時 間 確 定 高 產 率 , 高 選 擇 率 與 安 定 操 作 。

英文發明摘要 (發明之名稱： PROCESS FOR PRODUCING 7-OCTEN-1-AL)

A process for producing 7-octen-1-al by isomerization of 2,7-octadien-1-ol into 7-octen-1-al, comprises feeding 2,7-octadien-1-ol and hydrogen to the reaction zone in the presence of a copper catalyst, while controlling the molar ratio of 2,7-octadien-1-ol to hydrogen within a range of 99/1 to 75/25, and effecting isomerization in the gaseous phase. This process ensures a high yield, a high selectivity and stable operation over a long period of time.

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

修正
補充

本90年9月12日

公 告 本

六、申請專利範圍

第 87116163 號「7-辛烯-1-醛之製法」專利案

(90年9月12日修正)

六、申請專利範圍：

1. 一種製造 7-辛烯-1-醛之方法，藉由將 2,7-辛二烯-1-醇異構化成 7-辛烯-1-醛，係在銅觸媒之存在下將 2,7-辛二烯-1-醇與氫進料至反應區，同時控制 2,7-辛二烯-1-醇對氫之莫耳比例在 99/1 至 75/25 之範圍內，及在氣相中進行異構化。
2. 如申請專利範圍第 1 項之製造 7-辛烯-1-醛之方法，其中 2,7-辛二烯-1-醇對氫之莫耳比例在 97/3 至 80/20 之範圍內。
3. 如申請專利範圍第 1 項之製造 7-辛烯-1-醛之方法，其中 2,7-辛二烯-1-醇與氫混合對反應為惰性之載體氣體而進料至反應區。
4. 如申請專利範圍第 3 項之製造 7-辛烯-1-醛之方法，其中該惰性載體氣體為氮。
5. 如申請專利範圍第 1 至 4 項中任一項之製造 7-辛烯-1-醛之方法，其中該異構化在 100 至 260℃ 之範圍之溫度進行。
6. 如申請專利範圍第 1 至 4 項中任一項之製造 7-辛烯-1-醛之方法，其中該 2,7-辛二烯-1-醇以 0.01 至 20 小時⁻¹之 LHSV (液體小時空間速度)進料至反應區。