**Румянцев, Владимир Юрьевич.**

## Инициированный синтез кислородосодержащих органических соединений из СО и Н2 : диссертация ... кандидата химических наук : 02.00.13. - Москва, 1985. - 164 с. : ил.

## Оглавление диссертациикандидат химических наук Румянцев, Владимир Юрьевич

Стр.

Введение .2

Глава 1.5

1.1. Синтезы на основе окислов углерода и перспективы их развития .5

1.2. Вовлечение в синтез из окиси углерода и водорода третьего компонента . 8

I.2.I. Использование ацетилена в качестве третьего компонента - новый этап в развитии синтезов из СО и Hg.10

1.3. Механизм синтеза из окиси углерода и водорода . 15

1.3.1. История развития и современное представление о механизме синтеза из окиси углерода и водорода . . 15

1.3.2. Сравнение цепного и полимеризационного механизмов синтеза из окиси углерода и водорода.20

1.3.3. Первичные продукты синтеза. Возможность их каталитического взаимодействия с окисью углерода и водородом в условиях синтеза . 25

1.4. Получение бифункциональных соединений в синтезе из окиси углерода и водорода.27

1.4.1. Существующие способы получения высших диолов и алкоксиспиртов.27

1.4.2. Синтезы высших диолов и алкоксиспиртов на базе окиси углерода и водорода .28

1.4.3. Выявление круга соединений - возможных инициаторов синтеза полифункциональных соединений на базе окиси углерода и водорода.31

1.5. Выводы из литературного обзора.33

Глава 2. Методическая часть.35

2.1. Установка для проведения синтезов из окиси углерода, водорода и третьего компонента под высоким давлением .35

2.1.1. Проведение опытов в газофазном реакторе .37

2.1.2. Проведение опытов в жидкофазном реакторе .39

2.2. Приготовление и восстановление катализаторов . 41

2.3. Анализ продуктов синтеза.44

2.3.1. Хроматографический анализ.45

2.3.2. Хромато-масс-спектрометрический анализ.47

2.3.3. Другие методы анализа .48

2.4. Методики синтеза некоторых соединений . 49

4.4.1. Синтез бутин-З-ола-1 .49

2.4.2. Синтез диэтилацетилена .49

2.4.3. Синтез трет-бутилового эфира пропаргилового спирта . 50

2.4.4. Синтез пропаргилгалогенидов .50

2.4.4.1. Синтез трехбромистого фосфора .50

2.4.5. Синтез метилового эфира пропаргилового спирта . 50

2.4.5.1. Синтез метилата натрия.51

Глава 3. Экспериментальная часть.52

3.1. Исследование возможности использования соединений, содержащих фрагмент С=С или C=N в качестве инициаторов синтеза из СО и Hg .52

3.1.1. Опыты с ацетиленовыми спиртами.53

3.1.2. Опыты с ацетонитрилом.64

3.1.3. Опыты с пропаргилгалогенидами .67

3.1.4. Опыты с простыми эфирами пропаргилового спирта . 69

3.1.5. Опыты с бутиндиолом.80

3.1.6. Опыты с диэтил ацетиленом.82

3.2. Изучение особенностей протекания синтезов из окиси углерода, водорода и третьего компонента . 87

3.3. Причины дезактивации катализатора и поиск путей её подавления.95

3.3.1. Газофазный режим синтеза. Катализатор покрыт пленкой растворителя.96

3.3.2. Жидкофазный режим синтеза. Катализатор полностью погружен в растворитель . 97

3.4. Изучение влияния режимных параметров и состава катализатора на показатели синтеза из СО, Hg и ТБЭПС . 100

3.4.1. Определение области протекания реакции синтеза алкоксиспиртов из СО, Hg и ТБЭПС.100

3.4.2. Изучение влияния объемной скорости жидкости на показатели синтеза алкоксиспиртов.103

3.4.3. Изучение влияния концентрации ТБЭПС. Определение порядка по э$иру.105

3.4.4. Изучение влияния температуры на основные показатели синтеза алкоксиспиртов. Определение оптимального температурного интервала синтеза . . . 107

3.4.4.1. Прямое экспериментальное подтверждение цепного механизма реакции.III

3.4.5. Изучение влияния состава и давления газовой смеси на показатели синтеза алкоксиспиртов . 112

3.4.5.1. Влияние парциальных давлений водорода и окиси углерода.112

3.4.5.2. Влияние состава газа и общего давления.118

3.4.6. Изучение влияния состава катализатора на показатели синтеза алкоксиспиртов . 121

3.4.7. Оптимизация параметров синтеза алкоксиспиртов из окиси углерода, водорода и ТБЭПС.129

Глава 4. Обсуждение результатов.133

4.1. Синтезы из окиси углерода, водорода и третьего компонента.133

4.2. Механизм протекания синтезов из окиси углерода, водорода и третьего компонента . 138

Выводы.142