



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

216 591

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 11 03 81
(21) PV 1785-81

(51) Int. Cl.³

C 07 D 303/08

//C 07 D 301/03

(40) Zveřejněno 31 12 81
(45) Vydáno 01 08 84

(75)
Autor vynálezu OŠIN LEONID ANDREJEVIČ, ŠACHOVCEVA GALINA ALEXANDROVNA, KRASOTKINA
BELLA JEVGENIJEVNA, ALFEROVA INNA KONSTANTINOVNA, CHČEJAN CHAČIK
JEGOROVICH, MOSKVA (SSSR)

(54) Způsob výroby epichlorhydrinu

Vynález se týká způsobu výroby epichlorhydrinu.

Vynález spočívá v tom, že epoxidace allylchloridu se provádí terc.butylperoxidem za zahřívání v přítomnosti molybdenorganických sloučenin. Epoxidace se provádí při teplotě 90 až 100 °C a molárním poměru allylchloridu k terc.butylperoxidu 6:1 až 10:1 a jako molybdenorganických sloučenin se používá molybdenkarboxylátu, popřípadě komplexních solí molybdenu, které se získávají reakcí molybdenu s terc.butylperoxidem v přítomnosti alifatických alkoholů s 1 až 4 atomy uhlíku při teplotě 20 až 100 °C, v množství $2 \cdot 10^{-3}$ atomů Mo/mol terc.butylperoxidu.

Vynálezu může být použito při syntéze mnoha chemických produktů, jako epoxidových pryskyřic, syntetického glycerinu, epichlorhydrinového kaučuku apod.

Vynález se týká způsobu výroby epichlorhydrinu.

Epichlorhydrin je cennou surovinou pro řadu chemických produktů. Používá se ve značné míře k výrobě epoxidových pryskyřic, kterých se opět používá pro výrobu laků a barev odolných vůči vlhkosti. Převážná část vyráběného epichlorhydrinu se používá při výrobě syntetického glycerinu. Perspektivní směr pro rozsáhlé použití epichlorhydrinu představuje syntéza epichlorhydrinových kaučuků, které se vyznačují vysokou odolností proti teplu a organickým rozpouštědlům.

Jediný průmyslově realizovaný způsob výroby epichlorhydrinu je chlorhydrinový způsob. Jeden z nejdůležitějších stupňů je stupeň reakce allylchloridu s kyselinou chlornou. Chlorná kyselina se vyrábí hydrolyzou v přítomnosti alkálií, popřípadě vápence, kterých, resp. kterého se používá k neutralizaci druhého produktu hydrolyzy chloru, kyseliny chlorovodíkové. Roztok chlorné kyseliny postupuje do následujícího stupně, do stupně výroby dichlorhydrinů glycerinu. Syntéza dichlorhydrinů se provádí za intenzivního míchání roztoku kyseliny chlorné s allylchloridem. Roztok dichlorhydrinů, který se čistí nejprve od organické fáze, se přidává do stupně dehydrochlorace. Dehydrochlorace dichlorhydrinů se provádí pomocí vápenného mléka za zahřívání. Tím vzniká epichlorhydrin jako surová látka, který obsahuje řadu chlorovaných organických přísad. Pro přípravu komerčního produktu se surový epichlorhydrin rektifikuje (L.A.Ošin " Příprava syntetického glycerinu", Moskva, nakladatelství "Chimija" 1974).

Chlorhydrinový způsob syntézy epichlorhydrinu se vyznačuje vysokým výtěžkem epichlorhydrinu a jeho vysokou jakostí. Tento způsob se však vyznačuje neproduktivní spotřebou chloru a výskytem velkého množství odpadní vody (50 až 100 m³ na 1 tunu epichlorhydrinu), která je znečištěna minerálními a organickými příměsemi, jejichž odstranění je velmi nákladné.

Jsou známy způsoby výroby epichlorhydrinu epoxidací allylchloridu peroxidy. Například byl popsán způsob epoxidace allylchloridu ethylbenzen peroxidem, popřípadě terc.butylperoxidem při teplotě 70 až 80 °C v molárním poměru allylchloridu k peroxidu 15:20. Epoxidace se provádí v přítomnosti katalyzátorů, jako takových se používá anorganických solí kyseliny molybdenové, popřípadě molybdenoorganických sloučenin, například acetonátu, versátátu a di-terc.butylmolybdenbenzoátu. Syntéza se provádí ve skleněné ampuli. Při provádění tohoto způsobu je výtěžek epichlorhydrinu, vztažený na množství použitého peroxidu, jenom 25 až 45 % a veliké zředění výchozí směsi allylchloridem při zvoleném molárním poměru allylchloridu k peroxidu ztěžuje vylučování epichlorhydrinu z reakční směsi ("Chemie a technologie organických látek a vysokomolekulárních sloučenin", Spisy moskevského Mendělejevova ústavu, řada 74, 1973).

Při jiném způsobu výroby epichlorhydrinu se epoxiduje allylchlorid peroxidy uhlovodíků při teplotě 50 °C (japonský patentový spis č. 17 649). Proces se provádí v prostředí organického rozpouštědla, například v benzenu, v přítomnosti anorganických sloučenin vanadu, molybdenu nebo wolframu, kterých se používá jako katalyzátorů. Za účelem zvýšení výtěžku konečného produktu se navrhuje udržovat zvláštní teplotní režim, který spočívá v předchozím ochlazení výchozí směsi na teplotu pod 10 °C, a do ochlazené směsi se uvádí chlorid vápenatý a benzen. Při provádění tohoto způsobu se daří získat epichlorhydrin ve výtěžku 96 %. Konverze peroxidu je však jenom 47 %. Použití chloridu vápenatého a benzenu vede kromě toho ke komplikaci výrobního proudu, protože je nezbytné oddělení rozpouštědla a zhodnocení odpadů ve spojitosti

s použitím chloridu vápenatého, a přítomnost velkého množství nezreagovaného peroxidu v reakční směsi při izolaci konečného produktu zvyšuje nebezpečí výbuchu.

Vynález si klade za úkol nalézt takový způsob výroby epichlorhydrinu, který umožňuje vyrábět s vysokým výtěžkem konečný produkt při vysoké konverzi peroxidu jednoduchou technologií.

Úkol je řešen tak, že při způsobu výroby epichlorhydrinu epoxidací allylchloridu terc. butylperoxidem za zahřívání v přítomnosti molybdenorganických sloučenin podle vynálezu se epoxidace allylchloridu terc. butylperoxidem provádí při teplotě 90 až 105 °C a molárním poměru allylchloridu k terc. butylperoxidu 6:1 až 10:1 a jako molybdenorganických sloučenin se používá molybdenkarboxylátů, popřípadě komplexních solí molybdenu, které se získávají reakcí molybdenu s terc. butylperoxidem v přítomnosti alifatických alkoholů s 1 až 4 atomy uhlíku při teplotě 20 až 100 °C a v množství $2,10^{-3}$ až $5,10^{-3}$ atomů Mo/mol terc. butylperoxidu.

Jak je uvedeno vpředu, jako peroxidačního činidla se používá terc. butylperoxidu. Použití jiných organických peroxidů, například ethylbenzenperoxidu, popřípadě isopropylbenzenperoxidu, způsobuje výrazné snížení výtěžku epichlorhydrinu. To souvisí s tím, že peroxidace olefinů peroxidy je provázána vedlejší reakcí, spočívající v štěpení těchto peroxidů. Při výrobě epichlorhydrinu epoxidací allylchloridu je rychlost termokatalytického štěpení ethylbenzenperoxidu, popřípadě isopropylbenzenperoxidu, větší než rychlost epoxidace allylchloridu, proto je selektivita tohoto epoxidačního procesu z hlediska epoxidu při použití těchto peroxidů nízká.

Zvolený molární poměr allylchloridu k terc. butylperoxidu 6:1 až 10:1 zajišťuje přípravu reakční směsi, která obsahuje 6 až 10 % konečného produktu, přičemž konverze terc. butylperoxidu je 90 až 95 %. Zvyšování tohoto poměru na více než 10:1 zvyšuje rovněž konverzi peroxidu a selektivitu procesu z hlediska epichlorhydrinu, koncentrace epichlorhydrinu se však přitom snižuje, což komplikuje jeho izolaci. Při nižších molárních poměrech allylchloridu k terc. butylperoxidu, například 4:1 až 5:1, snižuje se podstatně výtěžek epichlorhydrinu v důsledku zvýšení rychlosti vedlejší reakce štěpení peroxidu.

Epoxidace se provádí při teplotě 90 až 105 °C, s výhodou při 100 °C. Pokles teploty pod 90 °C je provázen poklesem konverze terc. butylperoxidu a výtěžku epichlorhydrinu. Zvýšení teploty nad 105 °C způsobuje rychlé termokatalytické štěpení terc. butylperoxidu za oddělení alkoholu a velkého vývinu teploty. Výtěžky epichlorhydrinu se přitom blíží nulové hodnotě.

Za těchto podmínek činí koncentrace molybdenoorganických sloučenin, kterých se používá jako katalyzátoru, $2,10^{-3}$ až $5,10^{-3}$ atomů Mo/mol terc. butylperoxidu. Při snížení množství katalyzátoru pod nejnižší hranici je konverze peroxidu stejně jako selektivita procesu nízká. Zvětšení množství katalyzátoru nad $5,10^{-3}$ atomů Mo/mol peroxidu neovlivňuje výtěžek epichlorhydrinu.

Jak je uvedeno vpředu, jako molybdenorganických sloučenin se používá molybdenkarboxylátů, popřípadě solí molybdenu, které se získávají s terc. butylperoxidem v přítomnosti alifatických alkoholů s 1 až 4 atomy uhlíku při teplotě 20 až 100 °C.

Zvolený teplotní rozsah je optimální. Při zvýšení teploty nad 100 °C se zvyšuje rychlost rozpouštění molybdenu ve směsi reakčních partnerů, kterých bylo použito při přípravě katalyzátoru, a hrozí přitom nebezpečí výbuchu.

Doporučuje se jako molybdenkarboxylátu používat molybdenabietátu, molybdenresinátu, molybdenpronátu a molybdenstearátu.

Účelně má být použito takzvané komplexní soli molybdenu, která se získává v přítomnosti 0,4 až 2,2 % vody, vztaženo na hmotnost výchozích složek, které se účastní přípravy katalyzátoru.

Přítomnost vody v uvedeném rozsahu množství urychluje zapouštění molybdenu ve směsi reakčních partnerů, snižuje podíl štěpení terc.butylepoxidu a zvyšuje aktivitu katalyzátoru.

Způsob výroby epichlorhydrinu podle vynálezu umožňuje vyrábět epichlorhydrinu ve výtěžku 60 až 80 mol. %, vztaženo na zreagovaný peroxid, při stupni konverze peroxidu 68 až 96 %. Koncentrace epichlorhydrinu v reakčních produktech činí 6 až 10 hmotnostních %.

Kromě toho při provádění způsobu výroby epichlorhydrinu podle vynálezu se prakticky nevyskytuje odpadní voda, protože epoxidace allylchloridu terc.butylepoxidem nevyžaduje použití vápenného mléka, které se mění ve stupni dehydrochlorace glycerindichlorhydrinu známým způsobem ve zředěný roztok chloridu vápenatého, znečištěný organickými příměsemi.

Podle navrženého způsobu vzniká vedle epichlorhydrinu ještě další komerční produkt, terc.butylalkohol. Toho lze použít jako vysokooktanové přísady k pohonným hmotám, popřípadě zpracovat na vysoce čistý isobutylene nebo terc.methyl-terc.butylester. Terc.methyl-terc.butylester představuje rovněž vysokooktanovou složku, ve stovnění s terc.butylalkoholem je méně hygroskopický. Efektivní využití terc.butylalkoholu zvyšuje podstatně celkovou rentabilitu procesu.

Způsob výroby epichlorhydrinu podle vynálezu je v technologickém provedení jednoduchý a provádí se následujícím způsobem.

Epoxidace allylchloridu terc.butylperoxidem se provádí v reaktoru, který je zhotoven ze skla, popřípadě niklmolybdenové slitiny. Reaktor je opatřen pláštěm a topným hnízdem. Zahřívání reaktoru se provádí nosičem tepla, který obíhá v plášti. Reakční složky se vnášejí hrdlem reaktoru, opatřeným víkem. Při použití pevných molybdenkarboxylátů jako katalyzátoru se umístí reaktor do houpačky k promíchání katalyzátoru s reakčními složkami a zapne se vyhřívání. Po skončení reakce se reaktor rychle ochladí a vzniklá reakční směs se vyjme. Za účelem izolace konečného produktu se reakční směs rektifikuje.

Příprava komplexní molybdenové soli se provádí ve čtyřhradlé baňce, která je opatřena zpětným chladičem, míchadlem a teploměrem. Baňka se umístí do vodní lázně. Do baňky se vnese terc.butylperoxid, alifatický alkohol s 1 až 4 atomy uhlíku a molybden, a je-li to zapotřebí, i voda. Obsah baňky se zahřívá ze stálého míchání na teplotu 20 až 100 °C, s výhodou na 50 až 70 °C.

K lepšímu objasnění tohoto vynálezu jsou uvedeny následující konkrétní příklady.

Příklad 1

Do reaktoru z nikl-molybdenové slitiny, opatřeného pláštěm s topným hnízdem, se vnese 17,5 g allylchloridu, 3,45 g terc.butylperoxidu (molární poměr allylchloridu k peroxidu 6:1) a 0,22 g molybdenabietátu ($3,10^{-3}$ atomů Mo/mol peroxidu). V reaktoru se udržuje po dobu 60 minut teplota 100 °C. Přeměna peroxidu činí 75 %, výtěžek epichlorhydrinu, vztaženo na zreagovaný peroxid, činí 69 % a koncentrace epichlorhydrinu v reakční směsi odpovídá 8,3 hmot. %.

K průkazu schopnosti epoxidace terc.butylepoxidu byla prováděna epoxidace allylchloridu s různými organickými peroxidy za identických podmínek.

Do reaktoru z nikl-molybdenové slitiny bylo vneseno 17,5 g allylchloridu, 5,2 g ethylbenzenperoxidu (molární poměr 6:1) a 0,12 g molybdenobietátu ($3,10^{-3}$ atomů Mo/mol peroxidu). Teplota v reaktoru se udržuje po dobu 30 minut na 100 °C. Konverze peroxidu je 66 %, výtěžek epichlorhydrinu, vztaženo na zreagovaný peroxid, činí 10 %.

Do reaktoru z nikl-molybdenové slitiny se vnese 17,5 g allylchloridu, 6 g isopropylbenzenperoxidu (molární poměr 6:1) a 0,126 g molybdenresinátu ($3,10^{-3}$ atomů Mo/mol peroxidu). Reaktor se udržuje při teplotě 100 °C po dobu 60 minut. Přeměna peroxidu činí 95 %, výtěžek epichlorhydrinu, vztaženo na přeměněný peroxid, je roven nule.

Příklad 2

Za podmínek příkladu 1 se provádí epoxidace allylchloridu terc.butylepoxidem, přičemž se jako katalyzátoru používá molybdenresinátu. Přeměna peroxidu činí 69 %, výtěžek epichlorhydrinu, vztaženo na přeměněný peroxid, je roven 71 %. Koncentrace epichlorhydrinu v reakční směsi činí 8,2 hmot. %.

Příklad 3

Za podmínek příkladu 1 se provádí epoxidace allylchloridu terc.butylepoxidem, přičemž jako katalyzátoru se používá molybdenstearátu. Přeměna peroxidu činí 72 %, výtěžek epichlorhydrinu, vztaženo na zreagovaný peroxid, je 69 %. Koncentrace epichlorhydrinu v reakční směsi je 8,3 hmotnostních %.

Příklad 4

Za podmínek příkladu 1 se provádí epoxidace allylchloridu terc.butylperoxidem, přičemž jako katalyzátoru se použije molybdenkapronátu. Přeměna peroxidu činí 70 %, výtěžek epichlorhydrinu, vztaženo na přeměněný peroxid je 71 %. Koncentrace epichlorhydrinu v reakční směsi je 8,4 hmotnostních %.

Příklad 5

Za podmínek příkladu 1 se provádí epoxidace allylchloridu terc.butylepoxidem, přičemž se jako katalyzátoru použije komplexní molybdenové soli v množství $3,10^{-3}$ atomu Mo/mol peroxidu, která se připravuje reakcí 0,046 g molybdenu s 15,8 g terc.butylperoxidu v přítomnosti 9,3 g ethanolu a 0,8 % vody, vztaženo na hmotnost výchozích reakčních složek, kterých se používá pro výrobu katalyzátoru, při teplotě 70 °C.

Přeměna peroxidu činí 89,5 %, výtěžek epichlorhydrinu, vztaženo na zreagovaný peroxid, je 63,3 %.

Příklad 6

Do skleněného reaktoru, opatřeného pláštěm a topným hnízdem, se vnese 18,0 g allylchloridu, 4,33 g terc.butylperoxidu (molární poměr allylchloridu k peroxidu je 7,7:1) a molybdenabietát v množství $3,10^{-3}$ atomů Mo/mol peroxidu. Reaktor se zahřívá po dobu 45 minut na teplotu 104,5 °C. Přeměna peroxidu je 87 %, výtěžek epichlorhydrinu, vztaženo na zreagovaný peroxid, činí 72 %. Koncentrace epichlorhydrinu v reakční směsi činí 7,7 hmot. %.

Příklad 7

Do reaktoru z nikl-molybdenové slitiny, opatřeného pláštěm a topným hnízdem, se vnese 18,0 g allylchloridu, 2,15 g terc.butylperoxidu (molární poměr allylchloridu k peroxidu je 10:1) a 0,08 g molybdenabienátu ($2,10^{-3}$ atomů Mo/mol peroxidu). Reaktor se zahřívá po dobu 45 minut na teplotu 105 °C. Přeměna peroxidu činí 96 %, výtěžek epichlorhydrinu, vztaženo na zreagovaný peroxid, je 61 %. Koncentrace epichlorhydrinu v reakční směsi je 6,4 hmot. %.

Příklad 8

Do reaktoru z nikl-molybdenové slitiny, opatřeného pláštěm a topným hnízdem, se vnese 18,0 g allylchloridu, 3,45 g terc.butylperoxidu (molární poměr allylchloridu k peroxidu je 6:1) a 0,205 g molybdenabietátu ($5,10^{-3}$ atomů Mo/mol peroxidu). Reaktor se zahřívá po dobu 60 minut na teplotu 90 °C. Přeměna peroxidu je 68 %, výtěžek epichlorhydrinu, vztaženo na zreagovaný peroxid, je 73 %, koncentrace epichlorhydrinu v reakční směsi je 8,3 hmot. %.

Příklad 9

Do reaktoru z nikl-molybdenové slitiny, opatřeného pláštěm a topným hnízdem, se vnese 18,0 g allylchloridu, 2,15 g terc.butylperoxidu (molární poměr allylchloridu k peroxidu je 10:1) a 0,121 g molybdenabietátu ($3,10^{-3}$ atomů Mo/mol peroxidu). Reaktor se zahřívá po dobu 30 minut na teplotu 105 °C. Přeměna peroxidu činí 93 %, výtěžek epichlorhydrinu, vztaženo na zreagovaný peroxid, je 60 %, koncentrace epichlorhydrinu v reakční směsi je 6 hmot. %.

K průkazu vlivu molárního poměru allylchloridu k peroxidu na přeměnu peroxidu a výtěžek epichlorhydrinu se uvádějí následující příklady.

Do reaktoru z nikl-molybdenové slitiny, opatřeného pláštěm a topným hnízdem, se vnese 17,5 g allylchloridu, 1,02 g terc.butylperoxidu (molární poměr allylchloridu k peroxidu je 20:1) a 0,036 g molybdenabienátu ($3,10^{-3}$ atomů Mo/mol peroxidu). Reaktor se zahřívá po dobu 60 minut na teplotu 100 °C. Přeměna peroxidu je 83 %, výtěžek epichlorhydrinu, vztaženo na zreagovaný peroxid, je 76 %, koncentrace epichlorhydrinu v reakční směsi je 3,5 hmot. %.

Do skleněného reaktoru, opatřeného pláštěm a topným hnízdem, se vnese 18 g allylchloridu, 7,17 g terc.butylperoxidu (molární poměr allylchloridu k peroxidu je 4,65:1) a molybdenabietát v množství $5,10^{-3}$ atomů Mo/mol peroxidu. Reaktor se udržuje po dobu 30 minut při teplotě 100 °C. Přeměna peroxidu je 87,6 %, výtěžek epichlorhydrinu, vztaženo na zreagovaný peroxid, je 53 %, koncentrace epichlorhydrinu v reakční směsi je 8,8 hmot. %.

Příklad 10

Za podmínek příkladu 9 se provádí epoxidace allylchloridu terc.butylperoxidem (molární poměr allylchloridu k peroxidu je 10:1), přičemž se jako katalyzátoru používá komplexní soli, která se získá rozpuštěním 0,177 g kovového molybdenu ve směsi 37,5 g peroxidu a 18,8 g ethanolu při teplotě 55 °C v množství $3,10^{-3}$ atomů Mo/mol peroxidu. Konverze peroxidu činí 80,0 %, výtěžek epichlorhydrinu, vztaženo na zreagovaný peroxid, je 49,5 %.

Příklad 11

Do reaktoru z nikl-molybdenové slitiny, opatřeného pláštěm a topným hnízdem, se vnese 25,5 g allylchloridu, 5 g terc.butylperoxidu (molární poměr allylchloridu k peroxidu je 6:1) a $3,10^{-3}$ atomů Mo/mol peroxidu komplexní molybdenové soli, která se získá reakcí 0,112 g molybdenu a 38,8 g terc.butylperoxidu v přítomnosti 20,5 g methanolu a 1 % vody, vztaženo na hmotnost výchozích reakčních složek, které se používají k přípravě katalyzátoru. Komplexní molybdenová sůl se získává při teplotě 20 °C. Reaktor se udržuje při teplotě 100 °C po dobu 60 minut. Přeměna peroxidu činí 88 %, výtěžek epichlorhydrinu, vztaženo na zreagovaný peroxid, je 65 %.

Příklad 12

Do reaktoru z nikl-molybdenové slitiny, opatřeného pláštěm a topným hnízdem, se vnese 25,5 g allylchloridu, 5 g terc.butylperoxidu (molární poměr allylchloridu k peroxidu je 6:1)

a $3,10^{-3}$ atomů Mo/mol peroxidu komplexní molybdenové soli, která se získá reakcí 0,062 g molybdenu s 20,8 g terc.butylperoxidu v přítomnosti 8,3 g propanolu a 1 % vody, vztaženo na hmotnost výchozích reakčních složek, kterých se použije při přípravě katalyzátoru. Komplexní molybdenová sůl se získává při teplotě 60 °C. Reaktor se udržuje po dobu 60 minut při teplotě 100 °C. Přeměna peroxidu je 90 %, výtěžek epichlorhydrinu, vztaženo na zreagovaný peroxid, je 67 %.

Příklad 13

Na podmínkách příkladu 1 se provádí epoxidace allylchloridu terc.butylperoxidem (molární poměr allylchloridu k peroxidu je 6:1), přičemž se jako katalyzátoru použije komplexní soli, která se získá rozpuštěním 0,045 g kovového molybdenu ve směsi 15,6 g terc.butylperoxidu a 9,5 g ethanolu při teplotě 100 °C, v přítomnosti 0,2 % vody, vztaženo na hmotnost reakčních složek použitých při přípravě katalyzátoru, v množství $3,10^{-3}$ atomů Mo/mol peroxidu. Přeměna peroxidu činí 80 %, výtěžek epichlorhydrinu, vztaženo na zreagovaný peroxid, činí 50 %.

Příklad 14

Na podmínkách příkladu 1 se provádí epoxidace allylchloridu terc.butylperoxidem (molární poměr allylchloridu k peroxidu je 6:1), přičemž se jako katalyzátoru používá komplexní soli, která se získá rozpuštěním 0,048 g kovového molybdenu ve směsi 15,9 g terc.butylperoxidu a 9,2 g ethanolu při teplotě 60 °C v přítomnosti 4,2 % vody, vztaženo na hmotnost reakčních složek použitých při výrobě katalyzátoru, v množství $3,10^{-3}$ atomů Mo/mol peroxidu. Přeměna peroxidu činí 79 %, výtěžek epichlorhydrinu, vztaženo na zreagovaný peroxid, je 59 %.

Příklad 15

Na podmínkách příkladu 1 se provádí epoxidace allylchloridu terc.butylperoxidem (molární poměr allylchloridu k peroxidu je 6:1), přičemž se jako katalyzátoru používá komplexní soli, která se získá rozpuštěním 0,177 g kovového molybdenu ve směsi 37,5 g terc.butylperoxidu a 18,8 g terc.butylalkoholu při teplotě 70 °C, v přítomnosti 1 % vody, vztaženo na hmotnost reakčních složek použitých při přípravě katalyzátoru, v množství $3,10^{-3}$ atomů Mo/mol peroxidu. Přeměna peroxidu činí 92 %, výtěžek epichlorhydrinu, vztaženo na zreagovaný peroxid, je 69 %.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. způsob výroby epichlorhydrinu epoxidací allylchloridu terc.butylperoxidem za zahřívání v přítomnosti molybdenoorganických sloučenin, vyznačující se tím, že se epoxidace allylchloridu provádí terc.butylperoxidem při teplotě 90 až 105 °C a molárním poměru allylchloridu k terc.butylperoxidu 6:1 až 10:1 a jako molybdenoorganických sloučenin se používá molybdenokarboxylátů, popřípadě komplexních solí molybdenu, které se získávají reakcí molybdenu s terc.butylperoxidem v přítomnosti alifatických alkoholů s 1 až 4 atomy uhlíku při teplotě 20 až 100 °C, v množství $2,10^{-3}$ atomů Mo/mol terc.butylperoxidu.
2. způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se jako molybdenkarboxylátu používá molybdenabietátu.
3. způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se jako molybdenkarboxylátu používá molybdenresinátu.
4. způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se jako molybdenkarboxylátu používá molybdenkapronátu.

5. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se jako molybdenkarboxylátu používá molybdenstearátu.
6. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se používá komplexní soli molybdenu, která se připravuje v přítomnosti 0,4 až 2,2 % vody, vztaženo na hmotnost výchozích reakčních složek používaných při získávání katalyzátoru.