

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

78 130

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu _____

Kl. 12o, 25

Zgłoszono: 10.07.1972 (P. 156600)

Pierwszeństwo: _____

MKP· C07c 13/20

Zgłoszenie ogłoszono: 30.05.1973

Opis patentowy opublikowano: 08.09.1975

Twórcy wynalazku: Maria Wolińska, Mirosław Olszański, Stanisław Lewandowski
Uprawniony z patentu tymczasowego: Fabryka Syntetyków Zapachowych „Pollena-Aroma”,
Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania 3-etylocykloheksenu

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania 3-etylocykloheksenu na drodze uwodornienia 4-winylocykloheksenu w obecności katalizatora niklowego. Znany jest sposób uwodornienia winylocykloheksenu w obecności katalizatora niklowego Raney'a. Ciekły winylocykloheksen nasycy się wodorem w obecności katalizatora niklowego w podwyższonej temperaturze.

W przypadku, gdy stosuje się ściśle limitowaną ilość wodoru uwodornieniu ulega tylko częściowo podwójne wiązanie w pierścieniu, zwykle w około 10%. Jest to spowodowane ograniczoną selektywnością katalizatora niklowego Raney'a. Katalizator ten posiada jeszcze inną wadę, a mianowicie ulega dezaktywacji w przypadku, gdy zdarzy się przerwa w mieszaniu w trakcie procesu uwodornienia.

W celu ponownego zapoczątkowania reakcji należy załadować do reaktora dodatkową porcję świeżo przygotowanego niklu Raney'a. Jednakże zwiększona ilość katalizatora powoduje łatwiejsze wysycanie podwójnych wiązań, przez co proces uwodornienia staje się mniej selektywny.

Celem wynalazku było uniknięcie powyższych niedogodności i takie prowadzenie reakcji, by uwodornienie przebiegało całkowicie selektywnie a katalizator nie uległ dezaktywacji w czasie trwania procesu, nawet w przypadku zdarzeń nieprzewidzianych. Okazało się, że katalizatorem całkowicie selektywnym, uwadarniającym wyłącznie podwójne wiązania poza pierścieniem a przy tym nie tracącym swojej aktywności przez cały czas trwania procesu jest katalizator mrówczanowy niklowy otrzymywany przez pirolizę mrówczanu niklowego. Katalizator ten w stanie zawiesiny w uwodornionym tłuszczu jest łatwo dostępny. Miesza się go z winylocykloheksenem i po umieszczeniu w autoklawie nasycy się wodorem w lekko podwyższonej temperaturze aż do całkowitego zaniku absorpcji wodoru. Katalizator jest całkowicie selektywny, wobec czego nie ma potrzeby ograniczać ilości podawanego wodoru.

Zbliżone efekty uzyskuje się z zastosowaniem katalizatora mrówczanowego niklowego czystego lub w zawiesinie w innym obojętnym rozcieńczalniku jak na przykład alkohole, ksylen, eter naftowy itp. Zaletą zastosowania sposobu i katalizatora według wynalazku jest znaczne zwiększenie wydajności procesu wytwarzania nasyconych pochodnych cykloheksenu, które tworzą się z wydajnością prawie ilościową, przy całkowitym braku produktów ubocznych. Oznacza to zwiększenie o blisko 10% wydajności reakcji, co przy wysokiej cenie

winylocykloheksenu i przy bliskiej temperaturze wrzenia produktu głównego i produktów ubocznych wpływa na znaczne obniżenie kosztów wytwarzania etylocykloheksenu. Dodatkową zaletą jest stała aktywność katalizatora w czasie trwania procesu uwodornienia.

Dla lepszego zrozumienia istoty wynalazku przytaczamy poniższy przykład jego zastosowania.

P r z y k ł a d I. Do autoklawu pojemności 1,5 litra załadowano 500 g 4-winylocykloheksenu i 5 g katalizatora mrówczanego niklowego zawieszono w 100 g etanolu. Po zamknięciu autoklawu wytworzono ciśnienie wodoru około 50 atn i mieszając podgrzano do 50°C. Prowadzono proces uwodornienia 30 godzin utrzymując ciśnienie w zakresie 50 – 6 atn i temperaturę 20 – 80°C. Przez końcowe 10 godzin nie obserwowano spadku ciśnienia wodoru. Po rozładowaniu autoklawu przeprowadzono analizę chromatograficzną produktu reakcji stwierdzając prawie ilościowe przereagowanie 4-winylocykloheksenu w 3-etylocykloheksen.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania 3-etylocykloheksenu na drodze uwodornienia 4-winylocykloheksenu wobec katalizatora niklowego znamienny tym, że proces uwadarniania prowadzi się pod ciśnieniem wodoru do 500 at, w obecności katalizatora mrówczanego niklowego do zaniku absorpcji wodoru.