



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

223060

(11)

(B3)

[51] Int. Cl.³
C 07 C:39/06

[61] Autorské osvedčenie je závislé
od autorského osvedčenia č. 174 679

[22] Prihlásené 26 05 80

[21] (PV 3685-80)

[40] Zverejnené 26 03 82

[45] Vydané 15 03 86

(75)

Autor vynálezu

SABADOŠ JÚLIUS ing. CSc., ČOLLÁK MIKULÁŠ ing., MICHALOVCE,
MAGURA MIROSLAV ing., POZDIŠOVCE, HOLKO MICHAL ing.,
MICHALOVCE

[54] Spôsob výroby alkylovaného 1-hydroxy-2,6-dimetylbenzénu

1

2

Vynález rieši technológiu výroby alkylovaného 1-hydroxy-2,6-dimetylbenzénu polymérmi, alebo kopolymérmi α -alkénov so stredným polymerizačným stupňom 5 až 50, za katalytického účinku halogenidov bóru, štvormocného titanu, bieliacej hlinky, alebo aktivovanej kyselinou fosforečnou. Popisuje jednotlivé technologické uzly výroby a ich podmienky výroby.

Vynález je možné využiť v odbore organickej technológie.

Vynález rieši spôsob výroby alkylovaného 1-hydroxy-2,6-dimetylbenzénu polymérmi, alebo kopolymérmi α -alkénov so stredným polymerizačným stupňom 5 až 50, za katalytického účinku halogenidov bóru, štvor-mocného titánu, bieliacej hlinky samotnej, alebo aktivovanej kyselinou fosforečnou. Alkylácia hydroxyarénov je popísaná v autor-skom osvedčení č. 17 46 79 a č. 20 00 55. Podstatou tohto vynálezu je optimálne uspo-riadanie technologických uzlov a finálnej úpravy produktu, aby sa dosiahli požado-vané kvalitatívne parametre.

Postupom podľa tohto vynálezu sa odstra-ňa nezreagované hydroxyarény a alkylova-né hydroxyarény, kde alkyl je nižšou frak-ciou polypropylénového oleja C_4 – C_{18} za-ra-dením uzla destilácie do výrobného postupu. Finálnou úpravou produktu po destilácii je rafinácia bieliacou hlinkou, alebo práško-vými kovmi II. a III. skupiny periodickej sústavy.

Vzhľadom k uvedeným skutočnostiam bo-la výroba rozdelená na tieto technologické uzly s dodržaním nasledujúcich podmienok:

Alkylácia:

Nadávkovaním príslušného množstva su-rovín a katalyzátora pri teplote 80 až 200 °C alkyluje sa násada po dobu 6 až 20 hodín v miešanom zariadení, ktoré udržu-je katalyzátor vo vznose.

Separácia katalyzátora po naalkylovaní a ochladení násady sa z reakčnej zmesi od-separuje katalyzátor.

Destilácia:

Priebeh destilácie je riešený tak, aby produkt bol, čo najmenej tepelne namáha-ný — preto pred filmovú rotorovú odparku bol predradený predohrievač nástreku, kto-rý vyhreje nástrekovaný alkylát z teploty 80 až 100 °C na 1160 až 200 °C a na filmo-vej rotorovej odparke sa destiluje pri tep-lote 120 až 300 °C pri tlaku 0,2 až 5 kPa, pričom zdržná doba alkylátu v predohrie-vači a odparke je 2 až 10 minút.

Rafinácia:

Predestilovaný (farebne tmavší) produkt sa rafinuje v miešanom zariadení pri teplo-te 80 °C bieliacou hlinkou, alebo práškovými kovmi II. a III. skupiny periodickej sú-stavy.

Po rafinácii sa použité rafinačné činidlo odseparuje a získaný produkt môže sa po-užívať v kvapalnej forme, alebo nanesený na vhodnom nosiči, ako sú niektoré polymé-ry polyetylénu, polypropylénu, alebo anor-ganické soli kyseliny kremičitej, ako naprí-klad Siloxid (zrážaná kyselina kremičitá). Uvedeným postupom sa získa antioxidačná prísada požadovaných parametrov pre po-lyolefiny.

Postupom podľa tohto vynálezu sa odstra-ňujú nezreagované hydroxyarény a alkylo-vané hydroxyarény, kde alkyl má 9 atómov uhlíka, zaradením uzla destilácie. Násled-nou rafináciou sa získa produkt požadova-ných kvalitatívnych parametrov.

Príklad 1

Do 1200 kg polypropylénového oleja o strednej molekulovej hmotnosti 500 až 550 v miešanom zariadení bolo pridané 382 kg 1-hydroxy-2,6-dimetylbenzénu a 60 kg bielia-cej hlinky. Zmes sa vyhrieva na 140 °C a po dobu 12 hodín prebiehala alkylácia. Po odseparovaní tuhých častíc pri teplote 80 °C bola zmes vyhriatá na 120 °C a destilova-ná na filmovej rotorovej odparke, vyhriatej na 250 °C a tlaku na hlave odparky 1,5 kPa. Získal sa produkt, ktorého farebnosť bola 2000 Hazenových jednotiek. Po následnej rafinácii bieliacou hlinkou sa získal pro-duct o farebnosti 800 Hazenových jednotiek.

Príklad 2

Do 1800 kg polypropylénového oleja v miešanom zariadení sa pridalo 575 kg 1-hydroxy-2,6-dimetylbenzénu a 125 kg bie-liacej hlinky. Táto zmes sa vyhreje na 140 °C a alkyluje sa 12 hodín. Po odseparovaní tu-hých častíc sa alkylačná zmes cez predoh-rievač nástreku nástrekuje na filmovú ro-torovú odparku vyhriatú na 240 °C a tlaku 1 kPa na hlave. Po predestilovaní sa získa 2025 kg produktu o farebnosti 1200 Hazeno-vých jednotiek a obsahu viazaného 1-hydro-xy-2,6-dimetylbenzénu 7,3 % hmotnostných a 0,1 % hmotnostných voľného 1-hydroxy-2,6-dimetylbenzénu. Po rafinácii v mieša-nom zariadení pri teplote 80 °C a odfiltrova-ní bieliacej hlinky sa získal produkt, ktorý mal farebnosť 600 Hazenových jednotiek.

Príklad 3

Do 1800 kg polypropylénového oleja sa pridá 575 kg 1-hydroxy-2,6-dimetylbenzénu a 125 kg bieliacej hlinky. Po vyhriatí na 130 °C sa zmes alkyluje po dobu 14 hodín pod dusíkovou atmosférou. Po odseparovaní tuhých častíc pri teplote 80 °C sa alkylát vy-hreje na 120 °C a cez predohrievač sa zvýši jeho teplota na 180 °C a nástrekuje sa na filmovú rotorovú odparku, vyhriatu na 250 stupňov Celsia a tlak 1,5 kPa na hlave a získa sa po predestilovaní 1700 kg produk-tu o zložení 8,4 % hmotnostných viazané-ho a 0,07 % hmotnostných voľného 1-hyd-roxy-2,6-dimetylbenzénu o farebnosti 800 Hazenových jednotiek.

Príklad 4

Do 1800 kg polypropylénového oleja sa pridá 575 kg 1-hydroxy-2,5-dimetylbenzénu

a 125 kg bieliacej hlinky. Po vyhriatí na 130 °C sa zmes alkyluje po dobu 14 hodín pod dusíkovou atmosférou. Po odseparovaní tuhých častíc pri teplote 80 °C sa alkylát vyhreje na 120 °C a cez predohrievač nástreku sa zvýši jeho teplota na 180 °C a nástrekuje sa na filmovú rotorovú odparku vyhriatú na 250 °C a tlak 1,5 kPa na hlavu.

Získa sa 1700 kg destilovaného zvyšku o zložení 3,4 % hmotnostných viazaného a

0,07 % hmotnostných voľného 1-hydroxy-2,6-dimetylbenzénu o farebnosti 800 Hazenových jednotiek.

Do maloxéra sa nadávkuje 1700 kg zrážanej kyseliny kremičitej a pridáva sa 1700 kilogramov destilačného zvyšku rýchlosťou 10 litr./min. za stáleho miešania. Po ukončení dávkovania sa zmes mieša 30 minút, získa sa 3400 kg produktu, ktorý je v tuhej fáze.

PREDMET VYNÁLEZU

1. Spôsob výroby alkylovaného 1-hydroxy-2,6-dimetylbenzénu podľa autorského osvedčenia AO 174 679 vyznačujúci sa tým, že sa alkyluje 1-hydroxy-2,6-dimetylbenzénu polypropylénovým olejom o strednej molekulovej hmotnosti 380 pri teplote 80 až 200 stupňov Celsia s výhodou 140 °C po dobu 6 až 20 hodín s výhodou 12 hodín za vzniku surového alkylovaného 1-hydroxy-2,6-dimetylbenzénu, surový alkylovaný produkt sa

predhreje z 80 až 100 °C na 160 až 200 °C a destiluje sa pri 120 až 300 °C s výhodou pri 220 °C za tlaku 0,2 až 5 kPa, pričom doba predohrievania je 2 až 10 minút a získaný produkt sa rafinuje pri teplote 80 °C.

2. Spôsob podľa bodu 1 vyznačujúci sa tým, že sa alkylácia 2,6-dimetylbenzénu robí za katalytického pôsobenia bieliacej hlinky.