



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

204068
(11) (B1)

(22) Přihlášeno 23 04 79
(21) [PV 2813-79]

(40) Zveřejněno 30 05 80

(45) Vydáno 15 10 83

(51) Int. Cl.³
C 07 C 5/03
C 07 B 1/00

(75)
Autor vynálezu

HANIKA JIŘÍ ing. CSc., RŮŽIČKA VLASTIMIL prof. ing. dr. DrSc.,
SOUKUP JAROSLAV ing. CSc. a SPORKA KAREL ing. CSc., PRAHA

(54) Způsob výroby cyklooktanu nebo cyklododekanu

1

Vynález se týká způsobu výroby cyklooktanu nebo cyklododekanu katalytickou hydrogenací 1,5-cyklooktadienu a cyklooktenu, popřípadě jejich směsi nebo 1,5,9-cyklododekatrienu, 1,5-cyklododekadadienu a cyklododecenu, popřípadě jejich směsi, při teplotě 20 až 180 °C a tlaku 0,1 až 15 MPa a popřípadě v přítomnosti produktu hydrogenace jako rozpouštědla.

Hydrogenace nenasyčených cyklických uhlovodíků představuje významný stupeň syntézy 8-kaprylolaktamu a 12-laurolaktamu, které jsou monomery perspektivních polyamidů. Produktem hydrogenace je cyklooktan a cyklododekan.

Podle dosud známých postupů jsou pro uvedené hydrogenace používány promíchávané reaktory se suspendovaným katalyzátorem. Hlavními nevýhodami tohoto uspořádání jsou nezbytné energetické nároky na promíchávání reakční směsi a na separaci katalyzátoru z reakční směsi, zvyšující výrobní náklady. Kromě toho dosud používané katalyzátory mají nízkou životnost.

Uvedené nedostatky řeší způsob výroby cyklooktanu nebo cyklododekanu katalytickou hydrogenací 1,5-cyklooktadienu a cyklooktenu, popřípadě jejich směsi nebo 1,5,9-cyklododekatrienu, 1,5-cyklododekadadienu a cyklododecenu, popřípadě jejich

2

směsi, při teplotě 20 až 180 °C a tlaku 0,1 až 15 MPa a popřípadě v přítomnosti produktu hydrogenace jako rozpouštědla. Jeho podstata spočívá v tom, že se použije průtokový reaktor s pevným ložem niklového katalyzátoru na nosiči hmotnostní koncentrace 8 až 80 %, výhodně 25 až 60 % niklu na nosiči, kde molární množství vyredukovaného kovového niklu k množství niklu ve formě kysličníku nikelnatého činí 10 : 0,5 až 2 : 10.

Použitím průtokového reaktoru s pevným ložem katalyzátoru se odstraní nutnost promíchávat reakční směs, separace katalyzátoru z reakční směsi a volbou niklového katalyzátoru na nosiči se dosáhne vysoké konverze reakce a dlouhodobé životnosti katalyzátoru.

Vynález je blíže ojasněn v následujících příkladech konkrétního provedení.

Příklad 1

Do horní části hydrogenačního reaktoru o průměru 30 mm, naplněného niklovým hydrogenačním katalyzátorem (hmotnostní koncentrace 36 % niklu na křemelině, hmotnostní koncentrace vyredukovaného kovového niklu 61 %) byl uveden 54% mol. roztok 1,5-cyklooktadienu v cyklooktanu a vo-

dík. Kapalina stékala po tabletách katalyzátoru (5×5 mm) do spodní části reaktoru, spojeného s odlučovačem, ve kterém se kapalina oddělila od vodíku. Odplyn činil 560 N litrů vodíku na litr nastříkované kapaliny za hodinu. Hydrogenace byla prováděna při teplotě 50°C a tlaku 0,15 MPa. Při objemové rychlosti nástřiku 1,2 l kapaliny/l katalyzátoru za hodinu poklesla po 125 hodinách chodu konverze reakce z 10,7 % na 10,1 %.

Příklad 2

1,5-cyklooktadien byl hydrogenován v průtokovém autoklávu na katalyzátoru, který po kalcinaci a redukci obsahoval hmotnostní koncentraci 41 % niklu na křemelině, množství vyredukovaného kovového niklu činilo hmot. koncentraci 65 %. Do reaktoru se zkrápěným ložem katalyzátoru byl nastříkován 10% roztok 1,5-cyklooktadienu v cyklooktanu. Hydrogenace byla prováděna při teplotě 120°C , tlaku vodíku 3 MPa a při objemové rychlosti nástřiku kapaliny 2 h^{-1} . Výsledný produkt obsahoval cyklooktan o hmotnostní koncentraci 100 %.

Příklad 3

Bylo postupováno podle příkladu 2 s tím rozdílem, že do reaktoru byl nastříkován roztok obsahující cyklookten o hmotnostní koncentraci 10 % a 1,5-cyklooktadien o hmotnostní koncentraci 5 % v cyklooktanu. Hydrogenace byla prováděna při teplotě 130°

Celsia, tlaku vodíku 2,5 MPa a při objemové rychlosti nástřiku kapaliny $2,3\text{ h}^{-1}$. Výsledný produkt obsahoval cyklooktan o hmotnostní koncentraci 100 %.

Příklad 4

Bylo postupováno podle příkladu 1 s tím rozdílem, že místo 1,5-cyklooktadienu byl při teplotě 105°C hydrogenován roztok, obsahující 1,5,9-cyklododekatrien o hmotnostní koncentraci 53 % v cyklododekanu. Při objemové rychlosti nástřiku 0,89 l kapaliny/l katalyzátoru za hodinu činila konverze 48 procent a nezměnila se po dobu 52 hodin.

Příklad 5

Směs 1 ml 1,5-cyklooktadienu a 30 ml cyklooktanu byla hydrogenována v diskontinuálním, promíchávaném reaktoru objemu 100 ml při teplotě 30°C a tlaku vodíku 0,1 MPa s použitím 0,15 g práškovitého nosičového katalyzátoru, obsahujícího nikl o hmotnostní koncentraci 39 %. Během 140 minut bylo dosaženo 90% konverze reakce.

Příklad 6

Bylo postupováno podle příkladu 5 s tím rozdílem, že do reaktoru byla předložena směs 1 ml cyklooktenu, 30 ml cyklooktanu a 0,5 g stejného katalyzátoru. 100% konverze cyklooktanu bylo dosaženo za 45 minut.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob výroby cyklooktanu nebo cyklododekanu katalytickou hydrogenací 1,5-cyklooktadienu a cyklooktenu, popřípadě jejich směsi, nebo 1,5,9-cyklododekatrienu, 1,5-cyklododekadienu a cyklododecenu, popřípadě jejich směsi, při teplotě 20 až 180°C a tlaku 0,1 až 15 MPa a popřípadě v přítomnosti produktu hydrogenace jako rozpouš-

tědla, vyznačující se tím, že se použije průtokový reaktor s pevným ložem niklového katalyzátoru na nosiči hmotnostní koncentrace 8 až 80 %, výhodně 25 až 60 % niklu na nosiči, kde molární množství vyredukovaného kovového niklu k množství niklu ve formě kysličníku nikelnatého činí 10 : 0,5 až 2 : 10.