

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

269 085

(21) PV 7537-87.I
(22) Přihlášeno 20 10 87

(40) Zveřejněno 12 09 89
(45) Vydáno 31 08 90

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁴
C 07 C 49/08

(75)
Autor vynálezu

LEDERER PAVEL ing. CSc.,
MÁCOVÁ EVA prom.chem., PRAHA

(54)

Způsob přípravy acetonu fotochemickou
oxidací 2-propanolu

(57) Fotochemická oxidace 2-propanolu na aceton kyslíkem probíhá ve vodném prostředí za katalýzy CrO_3 . Reakční směs je ozařována středotlakou výbojkou RVL-X emitující záření o vlnových délkách 254 až 360 nm. Výtěžky acetonu závisí na koncentraci přidaného CrO_3 a době ozařování a přesahují 50 %, počítáno vzhledem k počáteční koncentraci 2-propanolu. Teplota reakčního roztoku je udržována vodním chlazením v rozmezí 15 až 30 °C.

Vynález se týká způsobu přípravy acetonu fotochemickou oxidací 2-propanolu kyslíkem ve vodném prostředí za přítomnosti oxidu chromového jakožto katalyzátoru.

Dosud publikované údaje o katalyzovaných dehydrogenacích alkoholů se zpravidla týkají reakcí v plynné fázi za vysokých teplot /250 až 300 °C/ v přítomnosti katalyzátorů na bázi mědi /Skeikh M.Y., Eadon O.: Tetrahedron Letters 1972, 254/. Účinky UV/VIS záření probíhá dehydrogenace 2-propanolu na aceton v plynné fázi za katalýzy kovovou mědí /Nakamura S., Kawamoto K.: Bull.Chem.Soc.Japan. 44. 1072, 1972/. V čs. autorském osvědčení č. 210 549 /1983/ je popsána fotochemická oxidace 2-propanolu na aceton v přítomnosti chloroměďnatých komplexů. Reakční směs je ozařována zářením o vlnové délce nad 310 nm, jehož zdrojem je středotlaká Hg výbojka. Je pracováno v acetonitrilu ve skleněné aparatuře při 16 až 25 °C. Výtěžky acetonu po 120 min. ozařování dosahují 1 %. Fotochemická oxidace alkoholů v přítomnosti fotochemického katalyzátoru je také předmětem polského patentu 124 451 /1984/. Ozařován je silně alkalický roztok 2-propanolu /7,5 %/ v přítomnosti 0,05 % solí chromu. Po 60 min ozařování je dosaženo výtěžku acetonu okolo 1 %.

Nevýhodou obou výše uvedených postupů je práce v jedovatém acetonitrilu, respektive ve silně alkalickém prostředí a nízké výtěžky acetonu.

Některé nevýhody dříve uvedených způsobů přípravy odstraňuje předložený vynález, jehož předmětem je způsob přípravy acetonu fotochemickou oxidací 2-propanolu kyslíkem v přítomnosti oxidu chromového podle vynálezu, jehož podstata spočívá ve způsobu, při kterém 6 % vodný roztok 2-propanolu v přítomnosti 0,001 až 0,01 % oxidu chromového je ozařován zářením o vlnové délce 254 až 360 nm v křemenné aparatuře při teplotě 15 až 30 °C. Bez přídavku oxidu chromového reakce neprobíhá. Výhodou předloženého způsobu přípravy jsou vysoké výtěžky acetonu /54 %/, nízká koncentrace katalyzátoru /0,001-0,01 %/, nízká reakční teplota a práce ve vodném roztoku.

Způsob přípravy podle vynálezu je ilustrován příklady praktického provedení.

Příklad 1.

Do křemenného fotochemického reaktoru bylo předloženo 4,8 g 2-propanolu rozpuštěného v 80 ml vody. K roztoku bylo přidáno 0,008 g oxidu chromového. Reakční směs byla probublávána kyslíkem, který byl přiváděn přes fritu a ozařován celým spektrem středotlaké Hg výbojky po dobu 10 hodin při teplotě 22 °C, která byla udržována vodním chlazením. Odebírané vzorky byly analyzovány na plynovém chromatografu. Po 6 h ozařování bylo získáno 0,2 g acetonu /4,4 %/ a po 10 h byl výtěžek acetonu 1,66 g /36 %/. Kromě acetonu nebyly v reakční směsi identifikovány jiné produkty.

Příklad 2.

Do křemenného fotochemického reaktoru bylo předloženo 4,8 g 2-propanolu spolu s 0,008 g oxidu chromového v 80 ml vody. Dále bylo postupováno podle příkladu 1. Při této koncentraci oxidu chromového bylo po 5 h ozařování získáno 1,26 g acetonu /27,2 %/ a po 10 h 2,52 g acetonu /54,3 %/.

P R Ě D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob přípravy acetonu fotochemickou oxidací 2-propanolu, vyznačující se tím, že se roztok 2-propanolu ve vodě za přítomnosti kyslíku jako oxidačního činidla a oxidu chromového jako katalyzátoru v množství 0,01 až 0,001 % hmot., vztaženo na výchozí roztok, vystaví UV záření o vlnové délce 254 až 360 nm při teplotě 15 až 30 °C.