



⑩ A **Terinzagelegging** ⑪ **8001589**

Nederland

⑲ NL

- ⑤4 **Werkwijze voor het afscheiden van een kobaltverbinding uit een hydroveresteringsreactiemengsel.**
- ⑤1 Int.Cl³: C07C67/58, C07C69/22.
- ⑦1 Aanvragers: The Lion Fat & Oil Co. Ltd. en Mitsubishi Chemical Industries Limited beide te Tokio.
- ⑦4 Gem.: Ir. F.X. Noz c.s.
Algemeen Octrooibureau
Boschdijk 155
5612 HB Eindhoven.

- ②1 Aanvraag Nr. 8001589.
- ②2 Ingediend 18 maart 1980.
- ③2 Voorrang vanaf 21 april 1979.
- ③3 Land van voorrang: Japan (JP).
- ③1 Nummer van de voorrangsaanvraag: 49475/79 .
- ②3 --
- ⑥1 --
- ⑥2 --

- ④3 Ter inzage gelegd 23 oktober 1980.

De aan dit blad gehechte stukken zijn een afdruk van de oorspronkelijk ingediende beschrijving met conclusie(s) en eventuele tekening(en).

Aanvragers: Mitsubishi Chemical Industries Ltd., Tokio, Japan en
The Lion Fat & Oil Co., Ltd., Tokio, Japan.

Korte aanduiding: Werkwijze voor het afscheiden van een kobaltverbinding uit een hydroveresteringsreactiemengsel.

5

De uitvinding heeft betrekking op een werkwijze voor het afscheiden van een kobaltverbinding uit een hydroveresteringsreactiemengsel, verkregen door een meerwaardige alcohol in reactie te brengen met een olefine en koolmonoxyde in aanwezigheid van een kobaltcarbonylcomplex en een pyridinebase. Met name heeft de uitvinding betrekking op een werkwijze voor het afscheiden van een kobaltverbinding uit een reactiemengsel dat verkregen is door een reactie tussen een meerwaardige alcohol en een olefine en koolmonoxyde in aanwezigheid van een kobaltcarbonylcomplex en een pyridinebase, waarbij een vetzure ester van een meerwaardige alcohol met een hoge effectiviteit wordt afgescheiden.

De werkwijze ter bereiding van vetzure esters voor meerwaardige alcoholen is veranderd ten opzichte van het conventionele procédé onder toepassing van natuurlijke vetzuren als uitgangsmateriaal tot een totale synthese onder een verhoogd gebruik hiervan.

De werkwijze ter bereiding van vetzure esters van meerwaardige alcoholen door de reactie van een meerwaardige alcohol met een olefine en koolmonoxyde in aanwezigheid van een kobaltcarbonylcomplex en een pyridinebase zoals pyridine, vinylpyridine en alkylpyridine is beschreven in de Japanse octrooiaanvragen 39810/1977 en 31128/1978. Volgens deze werkwijze kunnen vetzure esters van meerwaardige alcoholen worden verkregen door een massa-productie tegen een lage kostprijs in vergelijking met het conventionele procédé. Het is echter onvermijdelijk om een terugwinning en opnieuw gebruiken van het katalysatormateriaal te bewerkstelligen, ten einde een homogene katalytische reactie op industriële schaal te kunnen toepassen.

De volgende werkwijzen zijn voorgesteld als procédé's voor het terugwinnen van een kobaltverbinding uit het reactiemengsel dat verkregen is door de hydroveresteringsreactie onder toepassing van een kobaltcarbonylcomplex.

Een vloeibare koolwaterstof wordt toegevoegd aan het reactiemengsel dat verkregen is door de hydroveresteringsreactie onder toepassing van een overmaat van een alcohol, waarbij een koolwaterstoffase wordt afgescheiden die de ester bevat uit een alcoholfase en het kobaltcarbo-

8001589

nylcomplex zoals aangegeven in de Japanse octrooiaanvraag 47676/1976 en het Amerikaanse octrooischrift 3.856.832.

Een lagere alcohol wordt toegevoegd aan het hydroveresteringsreactiemengsel, waarbij het meeste kobaltcarbonylcomplex wordt geëxtraheerd
5 in een lagere alcoholfase zoals aangegeven in de Japanse octrooiaanvraag 62192/1977.

De hydroveresteringsreactie wordt uitgevoerd in een vloeibare paraffine met een hoog kookpunt en het reactiemengsel wordt gescheiden in een paraffinefase die de ester bevat en een fase met het kobaltcarbonyl-
10 complex en de ester wordt afgescheiden uit de paraffinefase door een destillatie en de fase met het kobaltcarbonylcomplex wordt gerecycleerd naar het reactiesysteem als een continue hydroveresteringsreactie zoals beschreven in de Japanse octrooiaanvraag 37327/1978.

Het eerste procédé kan echter niet worden gebruikt voor het berei-
15 den van de volledige ester van de meerwaardige alcohol, hetgeen een overmaat aan olefine vereist.

De tweede werkwijze heeft het nadeel, dat een grote hoeveelheid van de ester moet worden gerecycleerd samen met de katalysator omdat de ester als reactieprodukt in een nagenoeg zelfde verhouding verdeeld is
20 over de twee fasen.

De derde werkwijze heeft het voordeel, dat de katalysator met een hoge effectiviteit kan worden gerecycleerd, maar heeft het nadeel, dat sterkere eisen gesteld worden aan een grotere inrichting met name een reactor, een scheidingsinstallatie en een destillatiekolom, waardoor de vaste
25 kosten verhoogd worden omdat een grotere hoeveelheid paraffine moet worden gebruikt als oplosmiddel.

In dit kader zijn nadere onderzoeken verricht om een werkwijze te verkrijgen voor het terugwinnen van een kobaltverbinding en het afscheiden hiervan en zuiveren van een vetzure ester van een meerwaardige alcohol
30 in een industrieel voordelig procédé bij de werkwijze voor het bereiden van vetzure esters van meerwaardige alcohol door de hydroveresteringsreactie onder toepassing van de kobaltcarbonylcomplexen als katalysator. Het resultaat van de gedane onderzoeken is een werkwijze volgens de uitvinding.

35 Een van de doelstellingen volgens de uitvinding is het verkrijgen van een werkwijze voor het scheiden van een kobaltcomponent uit een hydroveresteringsreactiemengsel in hoge effectiviteit en tegen lage kosten.

Deze doelstelling wordt bereikt door het toepassen van de werk-

800 15 89

wijze volgens de uitvinding, en deze wordt hierdoor gekenmerkt, dat een contact wordt bewerkstelligd tussen

a) pyridine of γ -picoline en

b) water met het hydroveresteringsreactiemengsel met de kobaltverbinding en een produkt van een vetzure ester van een meerwaardige alcohol, zodat een scheiding wordt bewerkstelligd in twee fasen, waarbij één fase de vetzure ester bevat van de meerwaardige alcohol en één fase de kobaltverbinding bevat.

De hydroveresteringsreactie volgens de uitvinding kan onder de volgende omstandigheden worden bewerkstelligd.

Een meerwaardige alcohol zoals ethyleenglycol, neopentylglycol, glycerine, trimethylolpropaan, pentaerythritol, dipentaerythritol en tripentaerythritol, worden gebruikt samen met een olefine met 3-30 koolstofatomen, bij voorkeur een recht olefine met 4-12 koolstofatomen, zoals 1-buteen, 1-penteen, 1-hexeen, 1-hepteen, 1-octeen, 1-noneen, 1-deceen, 2-penteen, 2-hexeen, 2-hepteen, 2-octeen, 3-hexeen en 3-hepteen in een verhouding van 0,01 tot 10 mol olefine tot 1 equivalent hydroxylgroepen van de meerwaardige alcohol.

Een kobaltcomponent zoals kobaltcarbonyl, hydrokobaltcarbonyl, of een kobaltcarbonylcomplex zoals complexen die verkregen zijn door substitutie van een deel van de carbonylliganden met een pyridinebase, zoals hieronder is vermeld, wordt gebruikt in een verhouding van 0,001 tot 1 gram-atoom kobalt tot 1 mol olefine.

Een pyridinebase zoals pyridine, 2-vinylpyridine, 3-vinylpyridine, 4-vinylpyridine, 3-methyl-4-vinylpyridine, α -picoline, β -picoline, γ -picoline, 4-ethylpyridine en 3,5-dimethylpyridine worden gebruikt bij een verhouding van 1 tot 100 mol tot 1 gramatoom kobalt.

De hydroveresteringsreactie wordt uitgevoerd door het doen reageren van een meerwaardige alcohol met het olefine en koolmonoxyde in aanwezigheid van de kobaltverbinding, onder een partiële koolmonoxydedruk van 10 tot 250 kg/cm² bij een temperatuur van 70-250°C.

Door het toepassen van de hydroveresteringsreactie wordt een ester van de meerwaardige alcohol en een vetzuur met één koolstofatoom meer dan het olefine in hoofdzaak geproduceerd.

Verder worden kleine hoeveelheden vrij vetzuur en aldehyde verkregen met respectievelijk één koolstofatoom meer dan de olefine doordat nevenreacties worden bewerkstelligd.

De kobaltverbinding wordt gewoonlijk eerst toegevoegd aan een kata-

800 1589

lysator-activerende kolom als een zout van een vetzuur met een koolstof-
aatom meer dan het olefine en wordt geactiveerd met koolmonoxyde of een
watergas in aanwezigheid van een pyridinebase onder een druk van ongeveer
150-250 kg/cm² bij een temperatuur van ongeveer 150-200°C, om het om te
5 zetten tot een kobaltcarbonylcomplex en het wordt toegevoerd aan het reac-
tiesysteem. Daartoe wordt het vrije vetzuur gebruikt bij een stoëchiome-
trische overmaat ten opzichte van de kobaltverbinding in het reactiemeng-
sel en wanneer het kobaltcarbonylcomplex wordt blootgesteld aan een onsta-
biele toestand wordt ontleed kobalt gebonden aan het vetzuur ter vorming
10 van een kobaltzout van het vetzuur.

Gewoonlijk is de stabiliteit van het kobaltcarbonylcomplex afhanke-
lijk van de partiële druk van het koolmonoxyde in aanwezigheid van een
ligande zoals een pyridinebase en de temperatuur. Wanneer het niet-gerea-
geerde olefine of de pyridinebase afgedestilleerd wordt uit het reactie-
15 mengsel bij de uitvinding, wordt een deel of het gehele kobaltcarbonyl-
complex ontleed, waarbij kobaltzout gevormd wordt van het vetzuur.

De werkwijze volgens de uitvinding wordt uitgevoerd door pyridine
of γ -picoline en water in contact te brengen met het hydroveresterings-
reactiemengsel dat de kobaltverbinding bevat, de pyridinebase, de olefine
20 en de vetzure ester van de meerwaardige alcohol met name de vetzure ester
met een veresteringsgraad van meer dan 0,9 of door pyridine of γ -picoline
en water in contact te brengen met een residu dat verkregen is door het
afschieden van de olefine en/of pyridinebase uit het reactiemengsel. Het
is ook mogelijk om de contactbewerking uit te voeren door pyridine of
25 γ -picoline en water in contact te brengen met een mengsel, verkregen door
toevoeging van een olefine met 3-30 koolstofatomen, bij voorkeur een ole-
fine met 4-12 koolstofatomen en/of een paraffine met 6-20 koolstofatomen
aan het hydroveresteringsreactiemengsel of het residu, verkregen door
het afschieden van de pyridinebase uit het hydroveresteringsreactiemeng-
30 sel.

Het is ook mogelijk om dit uit te voeren nadat het reactiemengsel
belucht is door bijvoorbeeld zuurstof of lucht door het mengsel te laten
borrelen om het kobaltcarbonylcomplex om te zetten tot het kobaltzout
van het vetzuur.

35 De verhouding pyridine of γ -picoline is 0,2 tot 10 gewichtsdelens,
bij voorkeur 0,5 tot 5 gewichtsdelens ten opzichte van de vetzure ester
volgens het produkt.

De verhouding water is 0,05 tot 10 gewichtsdelens, bij voorkeur

800 1589

0,1 tot 0,5 gewichtsdelen ten opzichte van pyridine of γ -picoline.

Het hydroveresteringsreactiemengsel, eventueel na de bovenvermelde behandeling, kan verder worden behandeld in een atmosfeer van een inert gas als stikstof of koolmonoxyde of watergas onder atmosferische druk of
5 hogere druk bij kamertemperatuur tot 100°C, bij voorkeur onder roeren gedurende ongeveer 5 minuten tot 2 uren.

Bij de behandeling van het hydroveresteringsreactiemengsel dat de kobaltcomponent en de vetzure ester van de meerwaardige alcohol bevat, met pyridine of γ -picoline en water wordt, wanneer pyridine of γ -picoline wordt ge-
10 bruikt als de pyridinebase in het hydroveresteringsreactiemengsel en de hoeveelheid pyridine of γ -picoline aanwezig is in het reactiemengsel in de bovenvermelde hoeveelheden, is het niet noodzakelijk om een additionele hoeveelheid pyridine of γ -picoline toe te voegen en is het mogelijk om de scheiding uit te voeren door enkel water toe te voegen bij de ge-
15 wenste verhouding. Wanneer een pyridinebase afwijkend van pyridine of γ -picoline gebruikt wordt in het hydroveresteringsreactiemengsel, verdient het de voorkeur om die pyridinebase te verwijderen uit het reactiemengsel door destillatie of dergelijke voordat het contact wordt bewerkstelligd tussen pyridine of γ -picoline en water, ten einde te voorkomen, dat een
20 ingewikkeld systeem wordt gevormd.

Volgens de contactbehandeling wordt het mengsel gemakkelijk gescheiden in twee fasen waarbij de ene fase de vetzure ester bevat van de meerwaardige alcohol als de bovenste fase en de andere fase de kobaltcomponent bevat als de onderste fase.

25 De bovenste fase bevat de vetzure ester van de meerwaardige alcohol, pyridine of γ -picoline en kleine hoeveelheden water, het aldehyde, het vetzuur en soms de niet-gereageerde olefine. Deze onzuiverheden worden afgescheiden door destillatie en het produkt wordt gezuiverd op gewenste wijze ter verkrijging van de vetzure ester van de meerwaardige alcohol met een hoge zuiverheid.
30

De lagere fase bevat de kobaltverbinding opgelost in een mengsel van pyridine of γ -picoline en water. Daarom kan het worden gerecycleerd als teruggewonnen katalysator aan het reactiesysteem. Het verdient echter de voorkeur om een deel of de totale kobaltcomponent te activeren door
35 de bovenvermelde katalysator-activeringsstap, na afdestilleren van het pyridine of γ -picoline en water bij elke gewenste verhouding indien dit noodzakelijk is en om effectief de geactiveerde katalysator opnieuw te gebruiken door deze te recycleren aan het reactiesysteem.

De uitvinding zal nader worden toegelicht aan de hand van de volgende, niet-beperkende voorbeelden.

Voorbeeld I

Eén mol kobaltheptanoaat, 7 mol pyridine en 1,5 mol water op 1 gramatoom kobalt werden in een autoclaaf gedaan en geroerd bij een temperatuur van 180-185 °C gedurende twee uren onder een druk van 200 kg/cm²G met koolmonoxyde ter bereiding van een geactiveerde katalysator. De hydroveresteringsreactie werd uitgevoerd door 1 mol pentaerythritol, 8 mol 1-hexeen en koolmonoxyde te doen reageren in aanwezigheid van de bovenvermelde katalysator en pyridine bij een molaire verhouding van kobalt tot pentaerythritol van 0,12 en pyridine tot kobalt van 60 bij een temperatuur van 185-190°C en onder een druk van 230 kg/cm²G gedurende 3,5 uren ter verkrijging van het reactiemengsel met de volgende samenstelling:

15	Kobaltcomponent	4,88 mg als Co/g-reactiemengsel
	Pentaerythritolheptanoaat (veresteringsgraad 0,98)	38,3 gew. %
	1-Hexeen	17,6 gew. %
	Pyridine	34,0 gew. %
20	Heptaanzuur en heptanal	7,5 gew. %

Aan 45,3 g reactiemengsel werden 29,1 g pyridine en 15,0 g water toegevoegd. Het mengsel werd geroerd bij 45°C gedurende 1 uur onder stikstofatmosfeer en vervolgens werd het mengsel in rust bewaard gedurende 30 minuten om het te doen scheiden in twee fasen. Elke fase werd afgescheiden en pentaerythritolheptanoaat en de kobaltverbinding werden geanalyseerd. Als resultaat hiervan bleek de bovenste fase 97,4 gew.% van het pentaerythritolheptanoaat te bevatten op basis van het totale heptanoaat terwijl de onderste fase 98,2 gew.% van het kobaltverbinding bevatte, gebaseerd op de totale kobaltcomponent in het reactiemengsel.

30 Voorbeeld II

Aan 45,0 g van het reactiemengsel met dezelfde samenstelling als aangegeven is in voorbeeld I, werd 6,6 g water toegevoegd. Het mengsel werd geroerd bij 45°C gedurende 1 uur onder stikstofatmosfeer en vervolgens werd het mengsel in rust bewaard gedurende 30 minuten om het te doen scheiden in twee fasen. Elke fase werd gescheiden en pentaerythritolheptanoaat en de kobaltcomponent werden geanalyseerd. Het resultaat hiervan was dat 99,5 gew.% pentaerythritolheptanoaat werd aangetoond in de bovenste fase en 89,8 gew.% kobaltcomponent werd aangetoond in de onderste fase.

Voorbeeld III

Het reactiemengsel met dezelfde samenstelling als aangegeven is in voorbeeld I, werd gedestilleerd onder stikstof onder atmosferische druk om een fractie af te scheiden die destilleerde bij 120°C, waarbij het
 5 mengsel met de volgende samenstelling werd verkregen:

	Kobaltcomponent	7,10 mg als Co/ g-reactie- mengsel
	Pentaerythritolheptanoaat (veresteringsgraad van 0,98)	55,8 gew.%
10	Pyridine	29,5 gew.%
	Heptaanzuur en heptanal	10,9 gew.%

Aan 24,5 g van het mengsel werden 22,0 g pyridine en 9,6 g water toegevoegd. Het mengsel werd geroerd en gescheiden in twee fasen zoals aangegeven in voorbeeld I. Als analyseresultaat werd gevonden dat 95,4 gew.
 15 % pentaerythritolheptanoaat aanwezig was in de bovenste fase en 95,9 gew. % kobaltcomponent, aanwezig in de onderste fase.

Voorbeeld IV

Door het toepassen van de werkwijze die aangegeven is in voorbeeld I, werd een reactiemengsel met 2,05 g pentaerythritolheptanoaat (een ver-
 20 esteringsgraad van 0,89) en 0,14 g kobaltheptanoaat verkregen en 3,9 g pyridine en 1,2 g water werden toegevoegd aan het reactiemengsel en het mengsel werd geroerd bij kamertemperatuur gedurende 1 uur en in rust ge-
 houden gedurende 30 minuten om het te doen scheiden in twee fasen waarna de componenten werden geanalyseerd. Het analyseresultaat was dat 84 gew.%
 25 pentaerythritolheptanoaat werd aangetoond in de bovenste fase en 75 gew.% kobaltheptanoaat werd aangetoond in de onderste fase.

Voorbeeld V

Door het uitvoeren van de werkwijze zoals aangegeven is in voor-
 beeld I, werd een reactiemengsel verkregen met 1,96 g trimethylolpropaan-
 30 heptanoaat (een veresteringsgraad van 0,98) en 0,13 g kobaltheptanoaat werd bereid en 3,9 g pyridine en 1,2 g water werd toegevoegd aan het reactiemengsel en het mengsel werd behandeld op dezelfde wijze als aange-
 geven in voorbeeld IV, waarbij twee fasen werden gescheiden en de compo-
 nenten werden geanalyseerd. Als analyseresultaat werd verkregen dat 96 gew.%
 35 trimethylolpropaanheptanoaat werd aangetoond in de bovenste fase en 51 gew. % kobaltheptanoaat werd aangetoond in de onderste fase.

Voorbeeld VI

Door het toepassen van een werkwijze die aangegeven is in voor-

800 15 89

beeld I, werd een reactiemengsel verkregen met 12,2 g dipentaerythritolheptanoaat en 0,81 g kobaltheptanoaat en 24,5 g pyridine en 7,3 g water werden aan het reactiemengsel toegevoegd en het mengsel werd gekoeld bij de omgevingstemperatuur gedurende 30 minuten en in rust gehouden gedurende 30 minuten om het te doen scheiden in twee fasen en de componenten werden geanalyseerd. Als resultaat hiervan werd gevonden dat 97,8 gew.% dipentaerythritolheptanoaat werd aangetoond in de bovenste fase en 93,7 gew.% kobaltheptanoaat werd aangetoond in de onderste fase.

Voorbeeld VII

Door het uitvoeren van de werkwijze zoals aangegeven is in voorbeeld I, werd een reactiemengsel verkregen met 20,0 g neopentylglycolheptanoaat en 1,30 g kobaltheptanoaat en 40,0 g pyridine en 12,0 g water werden aan het reactiemengsel toegevoegd en het mengsel werd geroerd bij de omgevingstemperatuur gedurende 30 minuten en in rust gehouden gedurende 10 minuten om het te scheiden in twee fasen en de componenten werden geanalyseerd. Het resultaat hiervan was dat aangetoond werd dat 94,4 gew.% neopentylglycolheptanoaat aanwezig was in de bovenste fase en 94,6 gew.% kobaltheptanoaat aanwezig was in de onderste fase.

Voorbeeld VIII

Door het uitvoeren van de werkwijze zoals aangegeven is in voorbeeld I, werd een reactiemengsel verkregen, met 20,0 g neopentylglycolpelargonaat en 1,57 g kobaltpelargonaat werd verkregen en 40,0 g pyridine en 12,0 g water werden toegevoegd aan het reactiemengsel, en het mengsel werd behandeld op dezelfde wijze als aangegeven is in voorbeeld VII, waarbij het mengsel gescheiden werd in twee fasen, en de componenten werden geanalyseerd. Het resultaat hiervan was, dat aangetoond werd dat 99,2 gew.% neopentylglycolpelargonaat aanwezig was in de bovenste fase en 90,4 gew.% van het kobaltpelargonaat aanwezig was in de onderste fase.

Voorbeeld IX

Door het uitvoeren van de werkwijze zoals aangegeven is in voorbeeld I, werd een reactiemengsel verkregen met 20,0 g pentaerythritolheptanoaat (een veresteringsgraad van 0,98) en 1,28 g kobaltheptanoaat werd bereid en 40,0 g γ -picoline en 13,4 g water werden aan het reactiemengsel toegevoegd en het mengsel werd behandeld op dezelfde wijze zoals aangegeven is in voorbeeld VII, waarbij twee fasen werden gescheiden en de component werd geanalyseerd. Het resultaat hiervan was, dat aangetoond werd dat 97 gew.% pentaerythritolheptanoaat aanwezig was in de bovenste fase en 97,1 gew.% kobaltheptanoaat aanwezig bleek te zijn in de onderste fase.

8001589

Voorbeeld X

Door het uitvoeren van een werkwijze zoals aangegeven is in voorbeeld I, werd een hydroveresteringsreactie uitgevoerd door 1-hexeen, pentaerythritol en koolmonoxyde te doen reageren in aanwezigheid van een kobaltkatalysator en pyridine ter verkrijging van een reactiemengsel met de volgende samenstelling:

	Kobaltcomponent	4,6 mg als Co/g-reactiemengsel
	Pentaerythritolheptanoaat	38,0 gew. %
10	(veresteringsgraad van 0,95)	
	1-Hexeen	21,9 gew. %
	n-Hexaan	0,5 gew. %
	Pyridine	34,7 gew. %
	Heptaanzuur en heptanal	2,4 gew. %

15 Aan 29,4 g reactiemengsel werden 6,6 g 1-hexeen, 12,1 g pyridine en 6,7 g water toegevoegd. Het mengsel werd geroerd bij 45°C gedurende 30 minuten onder stikstofatmosfeer en vervolgens werd het mengsel in rust gehouden gedurende 10 minuten, om het te doen scheiden in twee fasen.

20 Elke fase werd gescheiden en geanalyseerd. Als resultaat hiervan, bleek 100 gew. % pentaerythritolheptanoaat en 96,5 % 1-hexeen en n-hexaan aanwezig te zijn in de bovenste fase en 91,1 gew. % van de kobaltcomponent bleek aanwezig te zijn in de onderste fase.

Voorbeeld XI

25 Lucht werd toegevoerd aan een reactiemengsel dat toegepast werd in voorbeeld X bij een temperatuur van 60°C gedurende 1 uur. Aan 20,0 g behandeld reactiemengsel werd 6,0 g n-hexaan en 8,7 g pyridine en 4,6 g water toegevoegd. Het mengsel werd gescheiden in twee fasen door de werkwijze uit te voeren zoals aangegeven is in voorbeeld X en elke fase werd gescheiden en geanalyseerd. Het resultaat hiervan was dat 99,9 gew. % pentaerythritolheptanoaat en 88,0 % n-hexaan en 1-hexeen aanwezig waren in de 30 bovenste fase en 90,4 gew. % van de kobaltcomponent aanwezig was in de onderste fase.

-CONCLUSIES-

800 1589

CONCLUSIES:

1. Werkwijze voor het afscheiden van een kobaltverbinding uit een hydroveresteringsreactiemengsel, verkregen door een meerwaardige alcohol
5 in reactie te brengen met een olefine en koolmonoxyde, in aanwezigheid van een kobaltcarbonylcomplex en een pyridinebase, met het kenmerk, dat een contact wordt bewerkstelligd tussen
- a) pyridine of γ -picoline en
 - b) water met het hydroveresteringsreactiemengsel met een kobaltver-
10 binding en een produkt van een vetzure ester van een meerwaardige alcohol zodat een scheiding wordt bewerkstelligd in twee fasen waarbij één fase de vetzure ester bevat van de meerwaardige alcohol en één fase de kobaltverbinding bevat.
2. Werkwijze volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat de verhou-
15 ding pyridine of γ -picoline is 0,2 tot 10 gewichtsdelen ten opzichte van de vetzure ester van de meerwaardige alcohol en de verhouding van water is 0,05 tot 10 gewichtsdelen tot pyridine of γ -picoline.
3. Werkwijze volgens conclusie 1-2, met het kenmerk, dat
- a) pyridine of γ -picoline en
 - 20 b) water in contact worden gebracht met een mengsel verkregen door het afscheiden van een olefine, de pyridinebase of beide uit het hydroveresteringsreactiemengsel.
4. Werkwijze volgens conclusie 1-2, met het kenmerk, dat
- a) pyridine en/of γ -picoline en
 - 25 b) water in contact worden gebracht met een mengsel verkregen door het toevoegen van een olefine met 3-30 koolstofatomen aan het hydroveresteringsreactiemengsel of het residu verkregen door het afscheiden van de pyridinebase uit het hydroveresteringsreactiemengsel.
5. Werkwijze volgens conclusie 1-2, met het kenmerk, dat
- 30 a) pyridine of γ -picoline en
 - b) water in contact worden gebracht met het hydroveresteringsreactiemengsel dat belucht is.
6. Werkwijze volgens conclusie 1 of 2, met het kenmerk, dat
- a) pyridine of γ -picoline en
 - 35 b) water in contact worden gebracht met een mengsel verkregen door het toevoegen van een paraffine met 6-20 koolstofatomen aan het hydroveresteringsreactiemengsel of het residu verkregen door het afscheiden van de pyridinebase uit het hydroveresteringsreactiemengsel.

800 15 89

7. Werkwijze volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat het hydroveresteringsreactiemengsel wordt verkregen door het doen reageren van de meerwaardige alcohol en een olefine met 3-30 koolstofatomen bij een verhouding van 0,01 tot 10 mol olefine op 1 equivalent hydroxylgroep van de
5 meerwaardige alcohol en koolmonoxyde in aanwezigheid van het kobaltcarbonylcomplex bij een verhouding van 0,001 tot 1 gram-atoom als Co tot 1 mol van het olefine en 1 tot 100 mol van de pyridinebase op 1 gram-atoom kobalt.

8. Werkwijze volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat de meerwaardige alcohol gekozen is uit een groep bestaande uit ethyleenglycol, neopentylglycol, glycerine, trimethylolpropan, pentaerythritol, dipentaerythritol en tripentaerythritol.

9. Werkwijze volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat de olefine gekozen wordt uit een groep bestaande uit 1-buteen, 1-penteen, 1-hexeen,
15 1-hepteen, 1-octeen, 1-nonen, 1-deceen, 2-penteen, 2-hexeen, 2-hepteen, 2-octeen, 3-hexeen en 3-hepteen.

10. Werkwijze volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat het kobaltcarbonylcomplex gekozen wordt uit een groep bestaande uit kobaltcarbonyl, hydrokobaltcarbonyl en kobaltcarbonylcomplex verkregen door substitutie
20 van een deel van de carbonylligande met een pyridinebase.

11. Werkwijze volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat de pyridinebase gekozen wordt uit een groep bestaande uit pyridine, 2-vinylpyridine, 3-vinylpyridine, 4-vinylpyridine, 3-methyl-4-vinylpyridine, α -picoline, β -picoline, γ -picoline, 4-ethylpyridine en 3,5-dimethylpyridine.

25 12. Werkwijze volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat het hydroveresteringsreactiemengsel in contact wordt gebracht met

a) pyridine en/of γ -picoline en

b) water in een inert gas, koolmonoxyde of watergasatmosfeer onder atmosferische druk of hogere druk bij een temperatuur tussen de omgevings-
30 temperatuur en 100°C.

13. Werkwijze voor het afscheiden van een kobaltverbinding uit een hydroveresteringsreactiemengsel dat een kobaltverbinding bevat; vetzure ester van een meerwaardige alcohol en pyridine of γ -picoline bij een verhouding van 0,2 tot 10 gew. delen tot de vetzure ester van de meervou-
35 dige alcohol die verkregen is door de hydroveresteringsreactie van de meerwaardige alcohol en het olefine en koolmonoxyde in aanwezigheid van het kobaltcarbonylcomplex en pyridine of γ -picoline, met het kenmerk, dat het hydroveresteringsreactiemengsel in contact wordt gebracht met

water zodat een scheiding in twee fasen wordt bewerkstelligd waarbij de ene fase de vetzure ester van de meerwaardige alcohol bevat en de andere fase de kobaltcomponent. bevat.

14. Werkwijze volgens conclusie 13, met het kenmerk, dat de verhouding van het water is als 0,05 tot 10 gewichtsdelen ten opzichte van pyridine of γ -picoline.

Eindhoven, maart 1980.

800 1589