



## OPIS PATENTOWY 64172

Patent dodatkowy  
do patentu \_\_\_\_\_

Zgłoszono: 28.XII.1967 (P 124 367)

Pierwszeństwo: \_\_\_\_\_

Opublikowano: 30.X.1971

Kl. 12 o, 19/01

MKP C 07 c, 13/00

UKD

Współtwórcy wynalazku: Maria Jarzyńska, Jan Kwiatkowski

Właściciel patentu: Instytut Chemii Przemysłowej, Warszawa (Polska)

## Sposób otrzymywania 4-winylocykloheksenu-1

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania 4-winylocykloheksenu-1 przez dimeryzację 1,3-butadienu. Otrzymany związek stanowi cenny półprodukt do wytwarzania żywic epoksydowych.

Dotychczas znane są sposoby prowadzenia dimeryzacji 1,3-butadienu wobec inhibitorów stosowanych w procesie polimeryzacji, jak hydrochinon. W innym sposobie stosuje się katalizatory metaloorganiczne znajdujące ogólne zastosowanie przy oligomeryzacji dienów. Sposoby te odznaczają się niewielką selektywnością. Wydajność otrzymanego 4-winylocykloheksenu-1 nie przekracza zwykle 65% w stosunku do przereagowanego 1,3-butadienu. Reakcję zazwyczaj prowadzi się w temperaturze 130—300°C pod wysokim ciśnieniem.

Sposobem według wynalazku dimeryzację 1,3-butadienu prowadzi się w obecności tlenku glinu jako katalizatora. W porównaniu ze znanymi sposobami uzyskuje się w tym przypadku wysoki stopień przereagowania 1,3-butadienu — do 94%, poza tym proces odznacza się bardzo dużą selektywnością w stosunku do głównego produktu wynoszącą 80—93%.

Stwierdzono ponadto, że korzystne jest prowadzenie procesu w reaktorze zapewniającym nie tylko mieszanie reagentów z katalizatorem, np. w reaktorze ciśnieniowym z mieszadłem lub reaktorze obrotowym, lecz również rozdrabnianie mechaniczne tlenku glinu. W tym celu w charakterze

2

reaktora stosuje się młyn kulowy lub urządzenie zaopatrzone w elementy rozdrabniające na zasadzie siły odśrodkowej.

5 Dzięki zastosowaniu rozdrabniania tlenku glinu w trakcie reakcji oprócz wysokiego stopnia przereagowania 1,3-butadienu i dużej selektywności reakcji uzyskuje się znaczne skrócenie czasu reakcji. Proces prowadzi się w temperaturze 130—300°C pod ciśnieniem do 200 at stosując dodatek 10 0,1—10% tlenku glinu o wartości pH=5—8. Sposób według wynalazku jest prosty i łatwy do realizacji, przy czym reakcję można prowadzić w sposób ciągły lub nie. Stosowany jako katalizator tlenek glinu jest surowcem łatwo dostępnym.

15 Przykład. Do autoklawu z mieszadłem wprowadza się 30 części wagowych tlenku glinu o odczynie obojętnym i 370 części wagowych 1,3-butadienu pod ciśnieniem 5 at azotu, zamyka autoklaw, ogrzewa do temperatury 175°C. Ciśnienie 20 wzrasta do 50 at po osiągnięciu temperatury 155°C, następnie zaczyna spadać i w temperaturze 175—180°C po 2 godzinach ogrzewania wynosi 18 at. Po ostudzeniu produkt reakcji odwirowuje się, następnie odgazowuje rozpuszczony 1,3-butadien i destylacyjnie rozdziela frakcję ciekłą uzyskując 2,9% 25 wagowych przedgonu, 92,9% wagowych winylocykloheksenu-1 i 4,8% wagowych pozostałości. Wydajność 4-winylocykloheksenu-1 w stosunku do 30 przereagowanego 1,3-butadienu wynosi 92,9%.

## Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania 4-winylocykloheksenu-1 przez dimeryzację 1,3-butadienu w temperaturze 130—300°C pod ciśnieniem do 200 at i w obecności katalizatora, **znamienny tym**, że proces prowadzi się w obecności katalizatora z tlenku glinu o war-

tości  $\text{pH}=5-8$ , który wprowadza się w ilości 0,1—10% w stosunku do ilości wprowadzonego surowca.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że dimeryzację prowadzi się w reaktorze zapewniającym stałe rozdrobnienie mechaniczne tlenku glinu.