



Государственный комитет
СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К ПАТЕНТУ

(11) 741791

(61) Дополнительный к патенту -

(22) Заявлено 30.10.74 (21) 2070994/23-04

(23) Приоритет - (32) 31.10.73

(31) 411536 (33) США

Опубликовано 15.06.80. Бюллетень № 22

Дата опубликования описания 20.06.80

(51) М. Кл.²

С 07 С 13/48

(53) УДК 547.315
(088.8)

(72) Автор
изобретения

Иностранец
Виктор М. Чонг
(США)

(71) Заявитель

Иностранная фирма
'Сан Венчерс ИНК'
(США)

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ 1,5-ДИМЕТИЛТЕТРАЛИНА

1

Изобретение относится к нефтехимии, конкретно к способу получения циклического парафина - 1,5-диметилтетралина (1,5-ДМТ). 1,5-ДМТ является полупродуктом для ряда нефтехимических процессов, в частности - исходным сырьем при получении полиэфиров.

Известен способ получения 1,5-ДМТ циклизацией 5-0-толилпентена-2 при нагревании в присутствии кислотного катализатора, например фосфорной кислоты, катионообменных смол. Процесс проводят при 200-300°C в многотрубчатом реакторе [1].

Недостатками этого способа являются использование дорогостоящего оборудования, в частности многотрубчатого реактора; образование побочных продуктов, например полимеров, вследствие чего снижается срок службы катализатора.

Целью изобретения является упрощение технологии процесса.

Поставленная цель достигается описываемым способом получения 1,5-диметилтетралина циклизацией 5-0-толилпентена-2 в присутствии кислотного катализатора, при температуре в реакторе 202-260°C с рециркуляцией 4-

2

15 объемов продукта реакции в расчете на 1 объем 5-0-толилпентена-2.

Предпочтительным является проведение процесса при температуре в реакторе 212-232°C.

Предлагаемый способ превращения 5-0-толилпентена-2 в 1,5-ДМТ осуществляют в адиабатном реакторе с неподвижным слоем. Некоторое количество 1,5-ДМТ охлаждают, а затем рециркулируют и смешивают с подаваемым в реактору 5-0-толилпентеном-2. Возвращение охлажденного продукта служит контролем температуры в реакторе, вследствие чего отпадает необходимость непосредственного охлаждения в реакторе. Реактор содержит неподвижный каталитический слой, который расположен встречно относительно многотрубного реактора - теплообменника. Внутри реактора нет никакого охлаждения и может быть предусмотрено множество слоев, которые часто применяются при химических реакциях.

В качестве катализатора процесса предпочтительно используют фосфорную кислоту на носителе кизельгуре, но можно также применять любой другой твердый кислотный катализатор циклизации.

5-0-толилпентен-2, полученный из 0-ксилола и бутадиена в присутствии катализатора щелочного типа, подают по трубам в реактор. В отсутствие продукта возврата сырья подают в реактор через слой катализатора и получают 1,5-ДМТ. 1,5-ДМТ выводят и охлаждают циркулирующим холодильником. Холодильник представляет собой любой тип охлаждающего устройства, например многотрубный теплообменник, бак с охлаждающими змеевиками. Охлажденный обратный поток течет по линии через насос, клапан, где его смешивают с подаваемым 5-0-толилпентеном-2. Затем смесь входит в реактор. Посредством клапана регулируется количество охлажденного рециркулированного потока или рисайкла. Температура подачи 149–260°C, предпочтительно 163–232°C, и преимущественно 177–219°C.

Объемное рециркулированное отношение, а именно отношение объемов продукта, рециркулированного к объемам свежей подачи (5,0-толилпентен-2) составляет 1–50, предпочтительно 4–15, преимущественно примерно 10. Количество рециркулированного потока выбирается с целью поддержания повышенной температуры в реакторе. Максимальная температура не должна превышать 316°C, предпочтительно поддерживать ее не выше 260°C, преимущественно не более 212–232°C. Часовая объемная скорость жидкости в реакторе на объем катализатора обычно состав-

ляет 0,1–5, предпочтительно 0,5–1, преимущественно примерно 0,2. Свежая подача (в вес.% реагирующего 5-0-толилпентена-2) составляет 75%, предпочтительно 90%, преимущественно 95% и избирательность (в вес.% реагирующего 5-0-толилпентена-2, образующегося 1,5- или 1,6-ДМТ) составляет 80%, предпочтительно 85%, преимущественно примерно 90%.

Реакцию осуществляют при 95–100%-ной конверсии. Соотношение рисайкла 10:1 дает повышение температуры в реакторе приблизительно в 7,2°C, в то время как соотношение 4:1 дает повышение приблизительно в 43°C.

Примеры 1–7. В каждом примере применяют трубчатый реактор, диаметром 2,5 см, заполненный катализатором – фосфорной кислотой на носителе. Смешивают подачу с рисайклом и подают в реактор со дна при постоянной объемной скорости. Продукт реакции отбирают сверху и охлаждают рециркулированную порцию. Рисайкл охлаждают до той же температуры, что и свежую подачу. Температура реактора измеряется на выходе реактора.

В табл. 1 указаны рабочие условия, анализ продукта, конверсия и избирательность.

Аналогичным образом из 5-0-толилпентена-2 циклизацией получают 1,5-диметилтетралин. Экспериментальные данные и достигнутые результаты примеров 3–7 приведены в табл. 2.

Т а б л и ц а 1

Показатель	Пример 1	Пример 2
Температура подачи, °C	177	177
Максимальная температура в реакторе, °C	202	238
Соотношение рисайкла	10	4
Конверсия, %	98	99,9
Избирательность, %	91	88

50

Т а б л и ц а 2

Показатель	Пример				
	3	4	5	6	7
Взято 5-0-толилпентена-2, г	–	2050	1995	3192	2660
Температура в реакторе, °C	195–202	232	232	204	260
Часовая объемная скорость жидкости, SV	–	0,19	0,25	0,4	0,4
Рециркуляционное отношение	7–15	5,6	7,0	10,0	10,0

Продолжение табл.2

Показатель	Пример				
	3	4	5	6	7
Выход, г	-	1859	1737	2956	2304
Конверсия, %	99,4-99,6	99,82	99,86	98,13	99,76
Селективность, %	88,5-91,9	90,48	90,89	92,15	88,19
Выход, вес.%	-	92,0	87,1	92,6	86,6

Формула изобретения

1. Способ получения 1,5-диметилтетралина циклизацией 5-0-толилпентена-2 в присутствии кислотного катализатора при повышенной температуре в реакторе, отличающийся тем, что, с целью упрощения технологии процесса, последний осуществляют при температуре в реакторе 202-260°C с рециркуля-

цией 4-15 объемов продукта реакции в расчете на 1 объем 5-0-толилпентена-2

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что процесс осуществляют при температуре в реакторе 212-232°C.

Источники информации, принятые во внимание при экспертизе

1. Патент США № 3244758, кл.260-671А, опублик.1966 (прототип).

Редактор Н. Потапова. Составитель М. Сергеева
Техред Я. Бирчак Корректор Н. Стец

Заказ 3231/56 Тираж 495 Подписное

ЦНИИПИ Государственного комитета СССР
по делам изобретений и открытий
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4