



Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 10.05.1972 (P. 155312)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 30.05.1973

Opis patentowy opublikowano: 28.04.1975

Kl. 12o,5/09

MKP C07c 41/06

Twórca wynalazku: Helmut Matyschok

Uprawniony z patentu tymczasowego: Politechnika Wrocławska, Wroc-
ław (Polska)

Sposób otrzymywania eteru izopropylowego

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania eteru izopropylowego.

Dotychczas znane sposoby otrzymywania eteru izopropylowego polegają na dehydratacji alkoholu izopropylowego w obecności katalizatorów w fazie ciekłej lub gazowej w temperaturze 100 — 350°C, pod ciśnieniem normalnym lub podwyższonym, to jest 0 — 200 atn. W charakterze katalizatorów tego procesu stosowane są kwas siarkowy, chlorki i tlenki cynku, miedzi, kobaltu, glinu, żelaza, niklu, glinokrzemiany, kwas p-toluenosulfonowy i silnie kwaśne kationity. Uzyskiwane tym sposobem wydajności eteru izopropylowego nie przekraczają 51 g eteru izopropylowego ze 120 g alkoholu izopropylowego, co odpowiada 50% wydajności, a to z tego powodu, że w warunkach procesu alkohol izopropylowy co najmniej w połowie ulega dehydratacji do propylenu.

Również znane jest otrzymywanie nieznacznych ilości eteru izopropylowego jako produktu ubocznego w procesie hydratacji propylenu do alkoholu izopropylowego. W procesie tym obok klasycznych katalizatorów w postaci tlenków metali i kwasów, stosowane są również silnie kwaśne kationity. Uzyskiwana wydajność eteru izopropylowego nie przekracza 10%.

Ponadto silne kwaśne kationity stosowane są w charakterze katalizatorów w procesie otrzymywania eterów przez reakcję trzeciorzędowych olefin,

2

np. izobutyleny, z pierwszorzędowymi alkoholami, np. alkoholem metylowym. Łatwość reagowania trzeciorzędowych olefin z alkoholami pozwala na prowadzenie procesu w łagodnych warunkach, a mianowicie w temperaturze 50 — 90°C przy ciśnieniu do 10 atn. Uzyskiwana wydajność np. eteru metyloizobutyloвого wynosi 70 — 95%. Reaktywność olefin z alkoholami bardzo silnie maleje przy przejściu od olefin trzeciorzędowych do drugo- i pierwszorzędowych. Również przy przejściu od alkoholi pierwszorzędowych do drugo- i trzeciorzędowych wydajność eterów otrzymywanych w reakcji olefin z tymi alkoholami znacznie maleje.

Celem wynalazku jest otrzymywanie eteru izopropylowego z wysoką wydajnością, zaś zagadnieniem technicznym jest opracowanie sposobu, umożliwiającego osiągnięcie tego celu.

Zagadnienie to zostało osiągnięte przez poddanie alkoholu izopropylowego lub mieszaniny alkoholu izopropylowego i eteru izopropylowego, reakcji z propylenem w obecności katalizatora w postaci silnie kwaśnego kationitu w temperaturze 80 — 120°C przy ciśnieniu 40 — 150 atn przez 5 — 10 godzin, po czym produkt reakcji wydzielono przez destylację w znany sposób.

Zasadniczą korzyścią techniczną wynikającą ze stosowania sposobu według wynalazku jest wytwarzanie eteru izopropylowego z wysoką wydajnością.

Przedmiot wynalazku jest przedstawiony w przykładach wykonania.

Przykład I. 153 ml alkoholu izopropylowego, 60 g suchego kationitu Wofatit KPS i 60 g propylenu ogrzewa się w autoklawie przez 0,5 godziny w temperaturze 120°C przy ciśnieniu 55 atn, okresowo mieszając. Następnie porcjami dodaje się propylen utrzymując w reaktorze temperaturę 120°C przy ciśnieniu 75 — 150 atn. Proces prowadzi się przez 10 godzin wprowadzając łącznie 175 g propylenu. Po ochłodzeniu, nie przereagowany propylen w ilości 74 g wypuszcza się z autoklawu, a masę poreakcyjną oddziela się od kationitu przez odsączenie na sączku Schotta. Otrzymuje się 147 g cieczy o składzie: 97% eteru izopropylowego i 3% alkoholu izopropylowego oraz 100 g kationitu nasyconego mieszaniną poreakcyjną. W wyniku rozdestylowania produktu ciekłego ogólnie znanym sposobem otrzymuje się 128 g eteru izopropylowego i 15 g alkoholu propylowego, czyli 142 g eteru izopropylowego ze 120 g przereagowanego alkoholu izopropylowego, co odpowiada wydajności 53% w stosunku do przereagowanego propylenu, a 68% w stosunku do przereagowanego alkoholu izopropylowego. Wydajności te obliczone są w stosunku do reakcji propylenu z alkoholem izopropylowym.

Przykład II. 153 ml alkoholu izopropylowego, 60 g suchego kationitu Wofatit KPS i 60 g propylenu ogrzewa się w autoklawie przez 0,5 godziny w temperaturze 80°C, przy ciśnieniu 37 atn, okresowo mieszając. Następnie porcjami dodaje się propylen utrzymując w reaktorze temperaturę 80°C przy ciśnieniu 45 — 150 atn. Proces prowadzi się przez 10 godzin wprowadzając łącznie 175 g propylenu. Po ochłodzeniu, nie przereagowany propylen w ilości 144 g wypuszcza się z autoklawu, a masę poreakcyjną oddziela się od kationitu przez odsączenie na sączku Schotta. Otrzymuje się 61 g cieczy o składzie: 25,2% eteru izopropylowego i 74,8% alkoholu izopropylowego, oraz 115 g kationitu nasyconego mieszaniną poreakcyjną. W wyniku rozdestylowania produktu ciekłego ogólnie znanym sposobem uzyskuje się 16 g eteru izopropylowego i 40 g alkoholu izopropylowego, co odpowiada wydajności 22% w stosunku do przereagowanego propylenu, a 12% w stosunku do przereagowanego alkoholu izopropylowego, liczonych jak w przykładzie I.

Przykład III. 153 ml alkoholu izopropylowego, 60 g suchego kationitu Wofatit KPS i 60 g propylenu ogrzewa się w autoklawie przez 0,5 godziny w temperaturze 120°C, przy ciśnieniu 55 atn, okresowo mieszając. Następnie porcjami dodaje się propylen utrzymując w reaktorze temperaturę 120°C

przy ciśnieniu 75 — 155 atn. Proces prowadzi się przez 5 godzin wprowadzając łącznie 160 g propylenu. Po ochłodzeniu, nie przereagowany propylen w ilości 70 g wypuszcza się z autoklawu, a masę poreakcyjną oddziela się od kationitu przez odsączenie na sączku Schotta. Otrzymuje się 140 g cieczy o składzie: 86,6% eteru izopropylowego i 13,4% alkoholu izopropylowego, oraz 100 g kationitu nasyconego mieszaniną poreakcyjną. W wyniku rozdestylowania produktu ciekłego ogólnie znanym sposobem uzyskuje się 110 g eteru izopropylowego i 28 g alkoholu izopropylowego, co odpowiada wydajności 50% w stosunku do przereagowanego propylenu, a 70% w stosunku do przereagowanego alkoholu izopropylowego, liczonych jak w przykładzie I.

Przykład IV. 123 ml alkoholu izopropylowego, 32 ml eteru izopropylowego, 60 g suchego kationitu Wofatit KPS i 80 g propylenu ogrzewa się w autoklawie przez 0,5 godziny w temperaturze 120°C przy ciśnieniu 57 atn, okresowo mieszając. Następnie porcjami dodaje się propylen utrzymując w reaktorze temperaturę 120°C przy ciśnieniu 70 — 150 atn. Proces prowadzi się przez 10 godzin wprowadzając łącznie 170 g propylenu. Po ochłodzeniu, nie przereagowany propylen w ilości 40 g wypuszcza się z autoklawu, a masę poreakcyjną oddziela się od kationitu przez odsączenie na sączku Schotta. Otrzymuje się 160 g cieczy o składzie: 96,2% eteru izopropylowego i 3,8% alkoholu izopropylowego, oraz 100 g kationitu nasyconego mieszaniną poreakcyjną. W wyniku rozdestylowania produktu ciekłego ogólnie znanym sposobem uzyskuje się 145 g eteru izopropylowego i 15 g alkoholu izopropylowego, co odpowiada wydajności 46% w stosunku do przereagowanego propylenu, a 80% w stosunku do przereagowanego alkoholu izopropylowego, liczonych jak w przykładzie I.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania eteru izopropylowego, **znamienny tym**, że alkohol izopropylowy lub mieszaninę alkoholu izopropylowego i eteru izopropylowego, poddaje się reakcji z propylenem w obecności katalizatora w postaci silnie kwaśnego kationitu w temperaturze 80 — 120°C przy ciśnieniu 40 — 150 atn przez 5 — 10 godzin, po czym produkt reakcji wydziela się przez destylację w znany sposób.