



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

249234

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.⁴
C 07 C 51/34

(22) Prihlášené 15 03 85
(21) [PV 1799-85]

(40) Zverejnené 14 08 86

(45) Vydané 15 03 88

(75)
Autor vynálezu

MAŤAŠ MICHAL ing. DrSc., FANČOVIČ KAROL ing. CSc.,
BRATISLAVA

(54) Spôsob prípravy alkánických monokarboxylových kyselín ozonizáciou alkénov

1

2

Riešenie sa týka spôsobu prípravy alkánických monokarboxylových kyselín ozonizáciou alkénov v roztoku monokarboxylových kyselín a/alebo alkoholov C₁ až C₆ s následným oxidačným rozkladom produktu ozonizácie a destilačným delením vzniknutej zmesi monokarboxylových kyselín, pričom rozpúšťadlo v procese recirkuluje.

Podstatou spôsobu prípravy alkánických monokarboxylových kyselín je to, že ozonizácia a oxidačný rozklad produktu ozonizácie prebiehajú v reaktoroch so stieraným filmom kvapaliny, ktoré sú zapojené za sebou. Plyn sa pohybuje v protiprúde vzhľadom na smer prúdu kvapaliny.

Riešenie je možné využiť na prípravu alkánických monokarboxylových kyselín aplikovateľných na výrobu solí, najmä typu mydiel a na výrobu katalyzátorov. Ďalej sa dajú použiť na výrobu esterov ako prísad do plastov a na výrobu esterových mazacích olejov a ako základná surovina v organických syntézach.

Vynález sa týka spôsobu prípravy alkánických monokarboxylových kyselín ozonizáciou alkénov s následným oxidačným rozkladom produktu ozonizácie a rektifikáciou produktu. Opísaným spôsobom je možné vyrobiť prakticky všetky monokarboxylové kyseliny, používané na výrobu ich solí ako sú mydlá a katalyzátory. Monokarboxylové kyseliny sa aplikujú pre výrobu esterov použiteľných v hlavnej miere ako prísad do plastov ako syntetické mazacie oleje a ako základná surovina v organických syntézach.

Je opísané zariadenie pre kontinuálnu ozonizáciu alkénických zlúčenín, predovšetkým vyšších alkénov, kyseliny olejovej, kyseliny linolovej a iných vo forme vodnej emulzie alebo disperzie. Zariadenie je charakteristické tým, že v smere prúdu reakčných produktov sú vytvorené pravidelne usporiadanými výplňovými telesami a statickými zmiešavacími elementami zmiešavacie dráhy so zníženým hydraulickým priemerom (NSR pat. 2 754 366).

Dalej je chránená ozonizácia 1-alkénov obsahujúcich 8 až 30 uhlíkových atómov v molekule, a to pôsobením ozónu na vodnú emulziu roztoku alkénického východiskového materiálu v organickom rozpúšťadle s následným hydrolytickým štiepením reakčného produktu. Kvapalnú a plynnú reaktant sa súprúdne privedie do kontaktu v reaktore, kde sa vytvorí turbulentne prúdiaci kvapalnú film. Plynný reaktant sa v reaktore pohybuje vysokoturbulentným cik-cakovitým prúdením nad kvapalným filmom alebo cez kvapalnú film rýchlosťou počítanou na prázdnu rúrku najmenej $2 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ pri zdržnej dobe maximálne 2 sekundy. Reaktor je vyplnený geometricky pravidelnými výplňovými telesami s povrchom viac ako $100 \text{ m}^2 \cdot \text{m}^{-3}$. Vznikajúce reakčné teplo sa odvádza odparovaním vody „in situ“. S výhodou sa aplikujú reaktory pozostávajúce zo zväzku rúrok (NSR pat. 3 005 514).

Predmetom vynálezu je spôsob prípravy alkánických monokarboxylových kyselín ozonizáciou alkénov, následným oxidačným rozkladom produktu ozonizácie a destilačným rozdelením reakčného produktu. Podstata vynálezu spočíva v tom, že sa jednotlivé alkény obsahujúce 3 až 40 uhlíkových atómov v molekule alebo ich zmesi o koncentracii 5 až 25 % hmotnostných privedú po rozpustení v reaktívnom rozpúšťadle, ktorým sú jednotlivé karboxylové kyseliny obsahujúce 1 až 6 uhlíkových atómov v molekule alebo ich zmesi, jednotlivé alkoholy obsahujúce 1 až 6 uhlíkových atómov v molekule alebo ich zmesi, alebo zmesi karboxylových kyselín a alkoholov do kontaktu s ozónom v stieranom filme kvapaliny. Roztok alkénu v reaktívnom rozpúšťadle sa kontaktuje so zmesou ozónu a kyslíka alebo vzduchu s obsahom ozónu 1 až 12 % hmotnostných v stieranom filme kvapaliny. Mólóv pomer ozónu k alkénu alebo zmesi alké-

nov je 0,95 až 1,5 pri teplote -60 až 60°C a tlaku 0,01 až 0,5 MPa. Produkt ozonizácie sa následne privedie do kontaktu v druhom reaktore so stieraným filmom kvapaliny s kyslíkom. Mólóv pomer kyslíka počítaný na východiskový alkén alebo zmes alkénov je 0,45 až 0,75. Vo filme kvapaliny sa udržiava teplota 70 až 120°C . Tlak v reaktore sa pohybuje v rozmedzí 0,01 až 0,5 MPa. Produkt odťahovaný z oxidačného rozkladu sa rozfrakcionuje na cieľový produkt a reaktívne rozpúšťadlo, ktoré sa vracia do procesu.

Surovinami pre tento proces môžu byť zlúčeniny obsahujúce 3 až 40 atómov uhlíka v molekule, ako chemické jedince, zmesi polohových a/alebo geometrických izomérov alkénov s rovnakým počtom atómov uhlíka v molekule alebo zmesi alkénov pripravených napríklad krakovaním alkánov, zmesi oligomérov nižších alkénov, zmesi alkénov pripravených dehydrogenáciou alkánov, ako aj zmesi alkénov pripravených pyrolýzou uhľovodíkových frakcií. Môžu sa tiež použiť alkény obsahujúce rôzne funkčné skupiny v molekule ako napríklad cyklánické, aromatické, halogény a podobne.

Dolná hranica koncentrácie alkénov v rozpúšťadle stanovená na 5 % hmotnostných je daná ekonomikou využitia zariadení, v niektorých prípadoch aj rozpustnosťou alkénov v reaktívnom rozpúšťadle tak, aby nedošlo k vzniku dvoch fáz kvapaliny. Horná hranica 25 % hmotnostných alkénov v reaktívnom rozpúšťadle je daná podmienkou, aby reakcia prebiehala mechanizmom tvorby esterhydroperoxidov alebo alkoxyhydroperoxidov na rozdiel od ozonizácie alkénov v uhľovodíkových rozpúšťadlách, kde vzniká ozonid, s možným následným vznikom polymérneho živičnatého ozonidu znižujúceho výťažky cieľových produktov. Súčasne sa dbá o to, aby sa nevytvorili podmienky pre vznik väčšieho množstva výbušných produktov, poťažne aby sa zabránilo ich zakonzentrovaniu v určitých miestach aparátov. Koncentrácia alkénov v reaktívnom rozpúšťadle sa môže pohybovať v rozmedzí 5 až 25 % hmotnostných, s výhodou 10 až 20 % hmotnostných.

Vo funkcii reaktívneho rozpúšťadla možno použiť buď jednotlivé monokarboxylové kyseliny obsahujúce 1 až 6 uhlíkových atómov v molekule, alebo ich ľubovoľné zmesi, buď jednotlivé alkoholy obsahujúce 1 až 6 uhlíkových atómov v molekule, alebo ich ľubovoľné zmesi, alebo ľubovoľné zmesi alkoholov a karboxylových kyselín. Voľba reaktívneho rozpúšťadla je daná jeho fyzikálnymi vlastnosťami, ako je teplota tuhnutia a teplota varu, a jeho chemickou reaktivitou.

Nízky bod tuhnutia reaktívneho rozpúšťadla umožňuje ozonizáciu alkénov pri veľmi nízkych teplotách, čo je dôležité pri ozonizácii alkénov obsahujúcich 3 až 6 uhlíkových atómov v molekule.

Teplota varu reaktívneho rozpúšťadla by sa mala s výhodou líšiť aspoň o 20 °C od teploty varu cieľovej alkánovej kyseliny, ak nie je cieľovým produktom rovnaká kyselina ako reaktívna rozpúšťadlo.

Rozpúšťadlo alkénov vstupujúcich do kontaktu s ozónom má byť reaktívne. Má zabrániť tvorbe ozonidu a vytvárať termicky stabilnejšie esterhydroperoxydy alebo alkoxyhydroperoxydy.

Ozón použitý v reakcii sa zvyčajne pripravuje v koncentrácii 1 až 12 % hmotnostných v kyslíku alebo vzduchu, s výhodou o koncentrácii 2 až 8 % hmotnostných ozónu v kyslíku. Tým sa vylúči tvorba oxidov dusíka. Horná hranica koncentrácie ozónu je podmienená jednak ekonomikou jeho prípravy, jednak prevádzkovou istotou ozonizácie s ohľadom na odvod reakčného tepla.

Reakčná entalpia ozonizácie alkénov je okolo 419 kJ.mól⁻¹. Kyslík alebo vzduch použitý na prípravu ozónu musí byť zbavený cudzích prímiesí. Obsah vlhkosti vplýva negatívne na ekonomiku procesu.

Mólový pomer ozónu k alkénickej surovine sa môže pohybovať v rozmedzí 0,95 až 1,5, s výhodou 1,05 až 1,2. Určitý prebytok ozónu má kompenzovať rekombináciu na kyslík, poťažne potrebu ozónu na vedľajšie reakcie.

Teplota v stieranom filme kvapaliny je závislá od mólovej hmotnosti alkénickej suroviny a od typu použitého reaktívneho rozpúšťadla. Môže sa meniť v rozmedzí od -60 do +60 °C. Horná hranica teploty v ozonizátore sa musí nachádzať pod teplotou rozkladu produktu ozonizácie.

Tlak v ozonizačnom reaktore so stieraným filmom kvapaliny závisí od mólovej hmotnosti reaktívneho rozpúšťadla, od mólovej hmotnosti cieľovej kyseliny, od teploty v ozonizačnom reaktore a od pevnosti sklenených častí ozonizátora. Jeho hodnota sa pohybuje v rozmedzí 0,01 až 0,5 MPa.

Na kvalitatívne využitie ozónu má podstatný vplyv dokonalý kontakt plynnej a kvapalnej fázy.

Mólový pomer kyslíka, počítaný vzhľadom na alkény vstupujúce do ozonizačného reaktora, v druhom oxidačnom reaktore so stieraným filmom kvapaliny má byť v rozmedzí 0,45 až 0,75.

Teplota v druhom oxidačnom reaktore sa môže pohybovať v rozmedzí 70 až 120 °C, s výhodou 80 až 90 °C.

Celkový tlak v druhom oxidačnom reaktore závisí od teploty varu reaktívneho rozpúšťadla, od mólovej hmotnosti cieľovej kyseliny a od odporu reaktorovej sústavy. Môže sa pohybovať v rozmedzí 0,01 až 0,5 MPa.

Vlastná reakcia alkénu s ozónom prebieha v zariadení, ktoré vytvára tenký stieraný film kvapaliny pozostávajúcej z alkénu rozpusteného v reaktívnom rozpúšťadle. Film kvapaliny sa vytvára mechanickým stieraním kvapaliny prichádzajúcej na hornú časť

temperovaného valca, ktorý účinkom gravitácie vykonáva špirálovitý pohyb smerom dolu, pričom sa kontaktuje s ozónom nachádzajúcim sa v kyslíku alebo vo vzduchu prúdiacim súprúdne, alebo lepšie protiprúdne v štrbine medzi dvoma valcovitými plochami. Spodná hranica teploty, pri ktorej prebieha reakcia ozónu s alkénmi je zabezpečená temperovaním valca, na ktorom sa vytvára kvapalinový film stieraním. Je daná teplotou tuhnutia reakčnej zmesi a ekonomickými aspektami.

Produkt ozonizácie alkénov sa v ďalšej fáze procesu kontaktuje v reaktore so stieraným filmom kvapaliny s kyslíkom alebo s časťou odplynú z procesu ozonizácie. Odplyn sa delí na podiel vracaný po úprave späť do generátora ozónu a podiel určený na oxidačné štiepenie produktu ozonizácie alkénov na monokarboxylové kyseliny a aldehydy, ktoré sa kyslíkom zoxiduujú na monokarboxylové kyseliny.

Malé množstvo ozónu, nachádzajúce sa prípadne v kyslíku, podporuje proces oxidácie aldehydov na monokarboxylové kyseliny. Malý prebytok kyslíka urýchľuje reakciu oxidácie aldehydov na monokarboxylové kyseliny.

Tepelné zafarbenie oxidačného rozkladu produktu ozonizácie alkénov v roztoku karboxylovej kyseliny sa skladá z dvoch zložiek, a to z rozkladu produktu ozonizácie alkénov, esterhydroperoxidov, na monokarboxylové kyseliny a aldehydy a oxidácie aldehydov na monokarboxylové kyseliny.

Dolná hranica teploty oxidačného rozkladu je daná rýchlosťou priebehu oboch spomínaných reakcií, a to rozkladu produktu ozonizácie alkénov a oxidácie aldehydov na monokarboxylové kyseliny. Pri teplotách pod 50 °C sú uvedené reakcie veľmi pomalé. Pri teplotách nad 120 °C je už možná oxidácia metylénových skupín v uhľovodíkových reťazcoch. Optimálna teplota sa pohybuje v rozmedzí 75 °C. Tlak v druhom reaktore je prakticky totožný s tlakom v ozonizačnom reaktore.

S ohľadom na zloženie konečného reakčného produktu a s ohľadom na použité reaktívne rozpúšťadlo je potrebné voliť spôsob rozdelenia konečného reakčného produktu na cieľové produkty a recirkulujúce rozpúšťadlo. Pri spracovaní l-alkénov ako východiskovej suroviny vzniká kyselina metánová, ktorá sa z reakčnej zmesi oddelí prostou destiláciou v dôsledku priaznivého rozdielu teplôt varu vzhľadom na rozpúšťadlo.

V ostatných prípadoch je pre rozdelenie monokarboxylových kyselín na chemické jedince potrebná spravidla sústava rektifikačných kolón. Vo väčšine prípadov pracujú tieto kolóny za zníženého tlaku. V prípade použitia východiskovej suroviny vyšších alkénov je potrebné použiť na izoláciu produktu krátkocestnú destiláciu za ex-

trémne zníženého tlaku, alebo produkt získať ako destilačný zvyšok bez ďalšej úpravy.

Hlavná výhoda spôsobu podľa tohoto vynálezu spočíva v tom, že reakcia sa zúčastňuje malé množstvo suroviny v exponovaných úsekoch. Nehrozí možnosť explózie medziproduktov ani ich zakonzentrovania v miestach so zníženým prietokom kvapalnej reakčnej zložky. Teplota sa vo vytváraných filmoch veľmi dobre reguluje a udržiava sa vo veľmi úzkom rozmedzí. Nehrozí lokálne prehriatie reakčnej zmesi.

Turbulencia kvapalnej fázy je v dôsledku neustáleho premiešavania a rozotierania filmu intenzívna. Vhodnou konštrukciou prvkov stieracieho zariadenia je možné docieľiť tiež dobré premiešavanie privádzaného plynu obsahujúceho ozón. Týmto sa zároveň vylučuje tvorba aerosolov zvyšujúcich možnosť vzniku výbušných zmesí a strata produktov.

Pri tomto spôsobe nie je potrebný prídavok vody na odvod reakčného tepla, ako sa to opisuje v citovaných postupoch. Odpadá tým zložité dávkovanie emulzie, obmedzia sa problémy s koróziou zariadenia, zjednodušia sa problémy s delením produktov rektifikáciou. Netreba dodávať výparné teplo pre vodu. Nezaťažujú sa zariadenia veľkými objemami vodnej pary.

Spôsobom podľa tohoto vynálezu sa dosahuje úplná konverzia alkénov. Konverzia ozónu sa blíži k hodnote 100 %. Selektivita tvorby monokarboxylových kyselín presahuje vysoko hodnotu 90 %. Prípadné nečistoty nachádzajúce sa v alkénickej surovine ako diény a aromáty sa ozónom rozložia.

Pre ilustráciu sú uvedené príklady, ktoré však neobmedzujú predmet vynálezu.

Príklad 1

Zmes 15 hmotnostných dielov 1-dodecénu a 85 hmotnostných dielov kyseliny butánovej sa ochladí na teplotu 0 °C a privádza sa kontinuálne do hornej časti reaktora so stieraným filmom kvapaliny v množstve 18 kilogramov 1-dodecénu $\cdot m^{-2} \cdot h^{-1}$. Tlak v reaktore sa udržiava na hodnote 0,1 MPa. Protiprúdne sa zdola privádza zmes 3 % hmotnostných ozónu v kyslíku v množstve odpovedajúcom 1,05 mól ozónu na 1 mól 1-dodecénu. Reakčná zmes odťahovaná z ozonizačného reaktora sa kontinuálne čerpá do hornej časti oxidačného reaktora so stieraným filmom kvapaliny, kde sa protiprúdne dostáva do kontaktu s kyslíkom v množstve 0,75 mól kyslíka počítané na 1 mól 1-dodecénu privedeného do ozonizačného reaktora. Teplota vo filme kvapaliny sa udržiava na hodnote 85 °C.

Reakčná zmes, odťahovaná zo spodnej časti oxidačného reaktora, sa čerpá do rektifikačnej kolóny, kde sa rozrektifikuje na kyselinu metánovú, kyselinu butánovú a kyselinu undekánovú. Je výhodné pracovať

tak, že sa vrchom rektifikačnej kolóny odťahuje zmes kyseliny metánovej a kyseliny butánovej a spodom kolóny sa odťahuje kyselina undekánová. Zmes kyseliny metánovej a kyseliny butánovej sa rozdelí v druhej rektifikačnej kolóne a kyselina butánová sa vráti do procesu. Ako produkt sa získava kyselina metánová a kyselina undekánová čistoty 95,1 % hmotnostného vo výťažku 94 % teórie.

Príklad 2

Postup je rovnaký ako v príklade 1, s tým rozdielom, že sa ako východisková surovina použije zmes oligomérov etylénu obsahujúcich 12 až 18 uhlíkových atómov v molekule o zložení:

1-dodecén 16,8 % hmotnostných,
1-tetradecén 31,5 % hmotnostných,
1-hexadecén 33,2 % hmotnostných a
1-oktadecén 18,5 % hmotnostných.

15 hmotnostných dielov uvedenej suroviny a 85 hmotnostných dielov kyseliny butánovej sa pri 20 °C privádza kontinuálne do hornej časti reaktora so stieraným filmom kvapaliny v množstve 15 kg suroviny $\cdot m^{-2} \cdot h^{-1}$. Tlak v reaktore sa udržiava na hodnote 0,2 MPa. Protiprúdne sa zdola privádza zmes 5 % hmotnostných ozónu v kyslíku v množstve odpovedajúcom 1,1 mól ozónu na mól alkénu.

Reakčná zmes sa oxidačne rozkladá 0,6 mólu kyslíka počítané na mól východiskového alkénu, pričom teplota sa udržiava na hodnote 90 °C.

Následne sa z reakčnej zmesi oddestiluje kyselina metánová a kyselina butánová.

Zmes monokarboxylových kyselín, ktoré zostali vo zvyšku, sa rektifikačne rozdelí na dve časti. Vrchom kolóny sa odťahuje zmes monokarboxylových kyselín obsahujúcich 11 a 13 uhlíkových atómov v molekule, spodom sa odťahuje zmes monokarboxylových kyselín obsahujúca 15 a 17 uhlíkových atómov v molekule.

Zmes monokarboxylových kyselín vznikajúca v množstve 16,3 kg $\cdot h^{-1}$ má nasledovné zloženie:

kyselina undekánová 17,1 % hmot.,
kyselina tridekánová 31,7 % hmot.,
kyselina pentadekánová 33,0 % hmot. a
kyselina heptadekánová 18,2 % hmot.

Získaná zmes kyseliny undekánovej a kyseliny iridekánovej v množstve 7,9 kg $\cdot h^{-1}$ má zloženie:

35 % hmot. kyseliny undekánovej a
65 % hmot. kyseliny tridekánovej.

Zmes kyseliny pentadekánovej a kyseliny betadekánovej vzniklé v množstve 8,3 kg $\cdot h^{-1}$ má zloženie:

64 % hmot. kyseliny pentadekánovej a
36 % hmot. kyseliny heptadekánovej.

Výťažok týchto monokarboxylových kyselín je blízky teoretickému.

Príklad 3

20 hmotnostných dielov polohových a geometrických izomérov dodecénu, získaného katalytickou dehydrogenáciou n-dodekánu, obsahujúceho:

4,8 % hmot. 1-dodecénu,
19,2 % hmot. 2-dodecénu,
19,2 % hmot. 3-dodecénu,
23,0 % hmot. 4-dodecénu,
22,2 % hmot. 5-dodecénu a
11,6 % hmot. 6-dodecénu

sa zmieša s 80 hmot. dielmi kyseliny pentánovej. Zmes sa ochladí na -10°C a čerpá sa rýchlosťou $20\text{ kg dodecénu} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}$ do hornej časti prvého reaktora so stieraným filmom kvapaliny. V stieranom filme kvapaliny sa udržiava teplota -10°C . Do spodu reaktora sa protiprúdne privádza kyslík obsahujúci 5 % hmot. ozónu v množstve 1,1 mólu ozónu na 1 mól dodecénu.

Reakčná zmes odťahovaná zo spodnej časti ozonizačného reaktora sa čerpá do hornej časti druhého oxidačného reaktora so stieraným filmom kvapaliny. Vo filme kvapaliny sa udržiava teplota 85°C . Do spodu oxidačného reaktora sa protiprúdne privádza kyslík z ozonizačného reaktora v množstve 0,75 mólu kyslíka na 1 mól dodecénu privedených do ozonizačného reaktora. Spodom oxidačného reaktora sa odťahuje zmes monokarboxylových kyselín obsahujúca 1 až 11 uhlíkových atómov v molekule s výťažkom 93 % teórie.

Zloženie získaných monokarboxylových kyselín je nasledovné:

0,9 % hmot. kyseliny metánovej,
4,9 % hmot. kyseliny etánovej,
6,1 % hmot. kyseliny propánovej,
8,7 % hmot. kyseliny butánovej,
9,7 % hmot. kyseliny pentánovej
(bez kyseliny pentánovej použitej v procese ako reaktívne rozpúšťadlo),
11,6 % hmot. kyseliny hexánovej,
12,4 % hmot. kyseliny heptánovej,
14,2 % hmot. kyseliny oktánovej,

13,0 % hmot. kyseliny nonánovej,
14,2 % hmot. kyseliny dekánovej a
3,8 % hmot. kyseliny undekánovej.

Zvyšok boli neidentifikované nečistoty.

Príklad 4

Zmes 5 hmotnostných dielov propénu a 95 hmotnostných dielov metanolu ochladená na teplotu -55°C sa privádza kontinuálne do hornej časti reaktora so stieraným filmom kvapaliny v množstve $10\text{ kg propénu} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}$. Tlak v reaktore sa udržiaval na hodnote 0,1 MPa. Protiprúdne sa zdola privádza zmes 1 % hmotnostné ozónu vo vzduchu v množstve odpovedajúcom 1,15 mólu ozónu na mól propénu.

Reakčná zmes sa oxidačne rozkladá 0,75 mólu kyslíka počítané na mól propénu pri tlaku 0,5 MPa a pri teplote 120°C . Oxidačný rozklad sa deje v stieranom filme kvapaliny.

Vzniknutá kyselina etánová a kyselina metánová sa izolujú po uvoľnení z esterov cez sodné soli rozložené kyselinou chlórvoďíkovou a rektifikujú. Výťažok kyseliny metánovej je 80 % teórie a výťažok kyseliny etánovej je 89 % teórie, pričom jej čistota je 97,1 % hmotnostného.

Príklad 5

Zmes 25 hmotnostných dielov oligomérov etylénu s priemerným počtom atómov uhlíka v molekule rovnom 38,1 a 75 hmotnostných dielov 1-hexanolu, zohriata na teplotu 60°C sa privádza kontinuálne do hornej časti reaktora so stieraným filmom v množstve $25\text{ kg oligomérov etylénu} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}$. Tlak v reaktore sa udržiava na hodnote 0,2 MPa. Protiprúdne sa zdola privádza zmes 10,1 % hmotnostného ozónu v kyslíku v množstve odpovedajúcom 1,5 mólu ozónu na mól oligomérov etylénu.

Reakčná zmes sa oxidačne rozkladá 0,55 mólu kyslíka počítané na mól oligomérov etylénu, pričom teplota sa udržiava na hodnote 75°C , a to v stieranom filme kvapaliny.

Po oddestilovaní kyseliny metánovej a 1-hexanolu sa získa zvyšok pastovitej konzistencie predstavujúci zmes vyšších alifatických kyselín vo výťažku 97 % teórie a vykazuje číslo kyslosti 98,1 mg KOH/g.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob prípravy alkánických monokarboxylových kyselín ozonizáciou alkénov, následným oxidačným rozkladom produktu ozonizácie a destilačným rozdelením reakčného produktu vyznačujúci sa tým, že sa jednotlivé alkény obsahujúce 3 až 40 uhlíkových atómov v molekule, alebo ich zmesi, privedú po rozpustení v reaktívnom rozpúšťadle, ktorým sú jednotlivé karboxylové kyseliny obsahujúce 1 až 6 uhlíkových atómov v molekule, alebo ich zmesi, jednotlivé alkoholy obsahujúce 1 až 6 uhlíkových atómov v molekule alebo ich zmesi, alebo zmesi karboxylových kyselín a alkoholov, na roztok obsahujúci 5 až 25 % hmotnostných alkénov, do kontaktu so zmesou ozónu a

kyslíka alebo vzduchu s obsahom ozónu 1 až 12 % hmotnostných v stieranom filme kvapaliny, pričom mólový pomer ozónu k alkénu alebo zmesi alkénov je 0,95 až 1,5 pri teplote -60 až $+60$ °C, pri tlaku 0,01 až 0,5 MPa a produkt ozonizácie sa následne privedie do kontaktu v druhom reaktore so stieraným filmom kvapaliny s kyslíkom, pri mólovom pomere kyslíka k východiskovému alkénu alebo zmesi alkénov 0,45 až 0,75 a vo filme kvapaliny sa udržiava teplota 70 až 120 °C, tlak 0,01 až 0,5 MPa a produkt odťahovaný z oxidačného rozkladu sa rozfrakcionuje na cieľový produkt a reaktívne rozpúšťadlo, ktoré sa vracia do procesu.