



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU 207933

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(61)

(23) Vystavní priorita
(22) Přihlášeno 30 07 79
(21) PV 5278 - 79

(11)

B1

(51) Int. Cl. C 07 C 29/14
// C 07 C 31/125

(40) Zveřejněno 28 11 80
(45) Vydáno 02 08 83

(75)

Autor vynálezu KUBIČKA RUDOLF doc. ing. CSc.,

VEPŘEK JAROSLAV ing., LITVÍNOV

HUML MIROSLAV ing. CSc., MOST

MACEK VLADIMÍR ing. a JASANSKÝ ZDENĚK, LITVÍNOV

(54) Způsob výroby 2-ethylhexanolu

Vynález se týká způsobu výroby 2-ethylhexanolu hydrogenací 2-ethylhexen-(2)-alu(1), který je surovinou pro výrobu ftalátových změkčovadel potřebných při výrobě polyvinylchloridu. Způsob výroby se provádí za přítomnosti pevně uloženého katalyzátoru, obsahujícího jako aktivní složku nikl, případně další kovy, a spočívá v tom, že se koncentrace 2-ethylhexanolu v nástržku do hydrogenace udržuje na hodnotě nižší než 20 % hmot a postupová rychlost je 10 až 30 m³/m² h. Dosáhne se zvýšení výroby žádaného produktu.

Vynález se týká způsobu výroby 2-ethylhexanolu hydrogenací 2-ethylhexen-(2)-alu(1).

2-ethylhexanol se používá k výrobě ftalátových změkčovadel potřebných při výrobě polyvinylchloridu. Přitom se požaduje, aby vyrobený 2-ethylhexanol měl vysokou čistotu a barevnou stálost, aby se zamezilo zhoršení zabarvení polyvinylchloridu, ke kterému byla přidána změkčovadla vyrobená na bázi 2-ethylhexanolu.

2-ethylhexanol vyhovující kvality se vyrábí hydrogenací 2-ethylhexenalu v axiálním reaktoru, ve kterém je hydrogenační katalyzátor uložen v jedné nebo více vrstvách anebo v trubkovém reaktoru. Při hydrogenaci v axiálním reaktoru se pracuje obvykle při tlaku v rozmezí 3 až 10 MPa a hydrogenovaná směs 2-ethylhexenalu a eurového 2-ethylhexanolu stéká po naplněném katalyzátoru, přičemž je z větší části v kapalně fázi. Teploty na vstupu reaktoru se pohybují v rozmezí 90 až 105 °C a na výstupu je obvykle teplota v rozmezí 170 až 180 °C. Při hydrogenaci v trubkovém reaktoru je obvyklé přivádět hydrogenovanou směs 2-ethylhexenalu a 2-ethylhexanolu do reakčního prostoru při tlaku kolem 0,5 MPa a při teplotě 70 až 180 °C. Vodík se při hydrogenaci recirkuluje, čímž se usnadňuje zplynění náestřiku. Jako katalyzátory se obvykle používají ty, které mají jako účinnou složku Ni, Cu, Mn, Co nebo jejich směsi, jako nosiči se dává přednost křemelině nebo silikagelu. Použití kysličníku hlinitého je méně vhodné, neboť v produktu hydrogenace jsou pak obsaženy étery a další nežádoucí složky. Jako katalyzátor lze použít také Raney-nikl.

Spotřeba 2-ethylhexanolu se stále zvyšuje, a proto je zájem o rozšíření jeho výroby. Nyní bylo zjištěno, že lze výrobu 2-ethylhexanolu rozšířit i na stávajícím výrobním zařízení, a to při zachování požadované kvality vyráběného 2-ethylhexanolu. Výhodou nového postupu je, že lze dosáhnout vyšší produkce 2-ethylhexanolu bez větších úprav stávajícího hydrogenačního zařízení a přitom zamezit i při zvýšené výrobě přehřívání reakční směsi a vzniku vedlejších reakcí.

Nově bylo zjištěno, že lze i při zvýšené výrobě 2-ethylhexanolu pracovat na stávajícím zařízení jako dosud při tlaku kolem 9,5 MPa a v rozmezí teplot 70 až 200 °C v axiálním reaktoru na pevně uloženém katalyzátoru, přičemž se vstupující 2-ethylhexenal ředí hydrogenátem na koncentraci nižší než 20 % hmot 2-ethylhexenalu, s výhodou na hodnotu kolem 15 % hmot, zatímco před zavedením tohoto nového postupu byla vstupní koncentrace 2-ethylhexenalu vždy vyšší než 20 % hmot., např. 25 i více %. Snížením koncentrace aldehydu v náestřiku se sníží zdánlivě aktivační energie hydrogenační reakce, která je příznivě ovlivňována zředovacím efektem přítomného alkoholu.

Snížení koncentrace 2-ethylhexenalu v náestřiku na hodnotu pod 20 % hmot. tak umožní zvýšit proesazení aldehydu z dosud obvyklé hodnoty kolem 0,2 m³/m² hod. na hodnotu 0,35 až 0,4, s výhodou 0,3 až 0,35. Současně se zvýší postupová rychlost náestřiku z dosavadní hodnoty 8 až 9 m³/m² hod. na hodnotu nad 10 a může dosáhnout hodnoty až 30, s výhodou do 25 m³/m² průřezu katalytického lože a hod.

I při zvýšené výrobě 2-ethylhexanolu na hydrogenacním zařízení lze dobře udržovat reakční teplotu, zamezit přehřátí katalyzátoru podél celé jeho vrstvy a tím jeho desakti-

vaci a současně zachovat kvalitu vyráběného 2-ethylhexanolu.

Při hydrogenaci se postupuje tak, že se na vstupu do hydrogenačního reaktoru udržuje teplota nástříku v rozmezí 70 až 130 °C, a to podle aktivity katalyzátoru a na výstupu z reaktoru je teplota hydrogenátu obvykle v rozmezí 160 až 180 °C.

Část získaného hydrogenátu - surového 2-ethylhexanolu - se recirkuluje a mísí s čerstvým 2-ethylhexenalem tak, aby výsledná nastříkovaná směs obsahovala max. 20 % hmot. 2-ethylhexenalu. Důležité přitom je, aby se teplota nástříku udržovala na takové hodnotě, aby k hydrogenaci byla využita celá náplň hydrogenačního katalyzátoru, a to v závislosti na jeho aktivitě. Při hydrogenaci reakční směsí s čerstvým katalyzátorem je např. vhodná teplota vstupujícího nástříku 75 až 100 °C a po odpracování cca 4 500 hodin pak 95 až 115 °C.

Pro intenzifikovaný způsob hydrogenace jsou vhodné tyto katalyzátory: nikl na křemelině, popř. aktivovaný kysličníky chromu, nikl na silikagelu, Raney-nikl, směšený hydrogenační katalyzátor obsahující jako aktivní složky Ni, Co, Cu, Mn a příp. i H_3PO_4 a jiné.

Výhody nového postupu hydrogenace jsou zřejmé z následujícího příkladu; pro srovnání je uveden i dosavadní způsob hydrogenace 2-ethylhexenalu.

Příklad 1

Surový 2-ethylhexenal vyrobený aldolizací n-butyraldehydu je přiváděn do hydrogenačního zařízení vyrábějícího surový 2-ethylhexanol. Instalovaný axiální reaktor je vybaven pro hydrogenaci při tlaku kolem 10 MPa a je charakterizován údaji v tabulce 1.

Tabulka 1

Vnitřní průměr reaktoru	mm	1 080	
objem náplně katalyzátoru	m ³	10,7	
reakční podmínky:	starý způsob	nový způsob	
pracovní tlak MPa	9,5	9,5	
reakční teplota °C	90 - 160	95 - 180	
nástřík aldehydu m ³ /hod.	2,17	3,3	3,3
nástřík ředidla m ³ /hod.	6,03	16,5	20,3
nástřík celkem m ³ /hod.	8,20	19,8	23,6
vodík čerstvý i recirkulovaný Nm ³ /hod.	10 000	6 000	-
koncentrace aldehydu % hmot.	26,4	16,66	14,0
postupová rychlost nástříku m ³ /m ² hod.	8,96	21,6	25,8
objemové prosazení hod ⁻¹	0,77	1,85	2,20
objemové prosazení aldehydů hod ⁻¹	0,203	0,308	0,308
poměrná úroveň výroby	100	152	152

Získaný hydrogenát obsahoval při uvedených podmínkách vždy kolem 0,1 % hmot. aldehydu.

Příklad 2

Účinek způsobu podle vynálezu je dále doložen tabulkou 2, v níž se uvádějí analytické údaje vstupní suroviny a výrobku u starého způsobu a způsobu podle vynálezu.

Tabulka 2

% hmot.	starý způsob		nový způsob	
	vstup	výstup	vstup	výstup
2-ethylhexenal	26,5	0,2	15,2	0,2
n-butyraldehyd	0,2	-	0,1	-
n-butanol	0,2	0,3	0,1	0,2
2-ethylhexanal	0,2	0,1	0,2	0,0
2-ethylhexanol	70,4	97,6	82,8	98,3
4-metyl-2-etyl-pentanol	0,3	0,3	0,2	0,2
těžké podíly	2,2	1,5	1,4	1,1

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob výroby 2-ethylhexanolu hydrogenací 2-ethylhexen-(2)alu-(1) na zařízení pracujícím při tlaku kolem 10 MPa a v rozmezí teplot 70 až 200 °C v axiálním reaktoru na pevně uloženém katalyzátoru obsahujícím jako aktivní složku nikl, případně další složky, jako Cr, Co, Cu, Mn, vyznačený tím, že se koncentrace 2-ethylhexenalu v nástriku do hydrogenace udržuje ředěním surovým 2-ethylhexanolem na hodnotě nižší než 20 % hmot., a výhodou 13 až 18 % hmot., přičemž postupová rychlost nástriku, vyjádřená jako poměr objemu nástriku na jednotku průřezu katalytického lože a hodinu, se udržuje na hodnotě 10 až 30, výhodně 15 až 25 m³/m² hod.