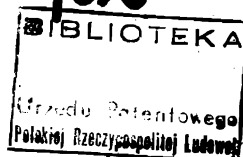


CO 7c 33/02



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 46446

Kl. 12 o, 19/03
Kl. internat. C 07 c

Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej*)

Blachownia Śląska, Polska

Sposób otrzymywania nienasyconych alkoholi tłuszczowych z zastosowaniem katalizatora cynkowo-chromowego

Patent trwa od dnia 30 sierpnia 1961 r.

Znane są sposoby otrzymywania nienasyconych alkoholi tłuszczowych przez redukcję nienasyconych kwasów ewentualnie estrów nienasyconych kwasów tłuszczowych za pomocą sodu metalicznego lub przez redukcję wodorem pod ciśnieniem na katalizatorach stałych w pastylkach w złożu stałym.

Katalityczna redukcja nienasyconych kwasów ewentualnie estrów nienasyconych kwasów tłuszczowych do nienasyconych kwasów tłuszczowych pod ciśnieniem, za pomocą wodoru, według znanych metod na katalizatorach miedziowo-chromowych itp. typu Adkinsa przebie-

ga z wydajnością 60—70% (J. Am. Chem. Soc., vol. 59, 1, 1937).

Metody te wykazują tę niedogodność, że uzyskuje się wysycenie wiązań nienasyconych — do 50%, niską wydajność alkoholi tłuszczowych — praktycznie około 60%, z jednoczesnym wysokim zużyciem katalizatora na jednostkę otrzymanego alkoholu, przeważnie powyżej 10%.

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania alkoholi tłuszczowych z nienasyconych kwasów ewentualnie estrów nienasyconych kwasów tłuszczowych przez redukcję wodorem lub mieszaniną azotowo-wodorową z zastosowaniem katalizatora cynkowo-chromowego, stosowanego w postaci proszkowej w złożu stałym lub zawieszony w cieczy (w metodzie ciągłej).

Sposób według wynalazku pozwala na otrzymywanie nienasyconych alkoholi z wydajnością

*) Właściciel patentu oświadczył że współtwórcami wynalazku są mgr Ernest Fabisz, doc. mgr inż. Józef Oblój, mgr inż. Zbigniew Gortek i Wilhelm Reich.

powyżej 90%, przy zachowaniu wiązań podwójnych powyżej 75%, przy jednoczesnym niskim zużyciu katalizatora na jednostkę otrzymanego alkoholu — poniżej 1%.

W sposobie według wynalazku redukcję nienasyconych kwasów ewentualnie estrów nienasyconych kwasów tłuszczowych prowadzi się za pomocą wodoru lub mieszaniny azotowo-wodorowej (gaz syntezowy) w obecności katalizatora cynkowo-chromowego, stosowanego w postaci proszkowej w złożu, ewentualnie zawieszonego w cieczy. Katalizator przed redukcją składa się z 25—32% cynku, 20—27% chromu oraz 6—10 amoniaku. Przed użyciem do reakcji katalizatora aktywuje się przez redukcję wodorem lub mieszaniną azotowo-wodorową w znany sposób.

Reakcję redukcji zarówno nienasyconych kwasów ewentualnie estrów nienasyconych kwasów tłuszczowych, jak również aktywację katalizatora, przeprowadza się w temperaturze 180—350°C i ciśnieniu do 300 atn.

Wyższą wydajność od wydajności otrzymywanych w znanych procesach uzyskano przez zmianę przy wytwarzaniu katalizatora stosunku $Cr : Zn$, 1,3 części molowej Zn na 1 część molową Cr oraz przez redukcję powyższego katalizatora w strumieniu wodoru lub mieszaniki azotowo-wodorowej i stosowania go w formie proszkowej w złożu stałym lub w zawiesinie w cieczy.

Sposób według wynalazku wyjaśnia bliżej przykład.

Przykład. 50 g dwuchromianu amonu rozpuszcza się w około 130 ml wody destylowanej i dodaje stężonego roztworu wody amoniakalnej do zmiany zabarwienia z pomarańczowego na żółty. W drugim naczyniu rozpuszcza się 77 g azotanu cynku w 160 ml wody destylowanej. Roztwór soli cynkowej wlewa się do roztworu chromu, energicznie mieszając. Wytrącony żółty osad odsącza się, przemywa wodą destylowaną i suszy w temperaturze 100°C. Po

wysuszeniu i rozdrobnieniu osad redukuje się w strumieniu wodoru lub mieszaniny azotowo-wodorowej.

Do autoklawu wahadłowego o działaniu periodycznym, o pojemności 1 litra, załadowuje się 150 g oleinianu butylu, o liczbie kwasowej = 0,6, liczbie zmydlenia 164, liczbie jodowej = 68, liczbie $OH = O$ i 10 g przygotowanego katalizatora. Redukcję prowadzi się w temperaturze 200—300°C przy ciśnieniu 270 atn mieszaniną azotowo-wodorową, w czasie 3-ch godzin. Końcowy produkt po odsączeniu katalizatora i oddestylowaniu butanolu posiada liczbę kwasową = 0,2, liczbę zmydlenia = 4,7, liczbę OH = 182, liczbę jodową = 76.

W metodzie ciągłej załadowuje się do reaktora przygotowany katalizator jak wyżej, zakładając przed wylotem odpowiedni filtr i przepuszcza się przez katalizator ester butylowy kwasu olejowego przy ciśnieniu 270 atn. mieszanki azotowo-wodorowej i w temperaturze 300°C. Obciążenie estrowe katalizatora wynosi około 0,75 kg (litr) godz. Otrzymany produkt oddestylowania butanolu posiada liczbę kwasową = 0,2, liczbę zmydlenia = 1,3, liczbę OH = 187, liczbę jodową = 79.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania nienasyconych alkoholi tłuszczowych przez redukcję nienasyconych kwasów tłuszczowych, ewentualnie estrów nienasyconych kwasów tłuszczowych w obecności katalizatora cynkowo-chromowego, znamieny tym, że stosuje się katalizator w formie proszkowej w złożu stałym lub zawieszony w cieczy, składający się przed redukcją z 25—32% cynku, 20—27% chromu i 6—10 amoniaku i aktywowany w znany sposób przez redukcję wodorem lub mieszaniną azotowo-wodorową.

Instytut
Ciężkiej Syntezy Organicznej