



**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2011101714/04, 09.06.2009

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
09.06.2009

Приоритет(ы):

(30) Конвенционный приоритет:
19.06.2008 US 61/073,885

(43) Дата публикации заявки: 27.07.2012 Бюл. № 21

(45) Опубликовано: 10.10.2013 Бюл. № 28

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: US 6559346 B1, 06.05.2003. JP 8040968 A,
13.02.1996. SU 878760 A1, 07.11.1981.

(85) Дата начала рассмотрения заявки РСТ на
национальной фазе: 19.01.2011

(86) Заявка РСТ:
US 2009/046730 (09.06.2009)

(87) Публикация заявки РСТ:
WO 2009/155169 (23.12.2009)

Адрес для переписки:

129090, Москва, ул. Б. Спасская, 25, стр.3,
ООО "Юридическая фирма Городисский и
Партнеры", пат.пов. А.В.Мицу, рег.№ 364

(72) Автор(ы):

**ГАРТНЕР Чарльз Д. (US),
ЛИГОН Тимоти Д. (US)**

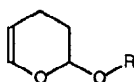
(73) Патентообладатель(и):

**ДАУ ГЛОБАЛ ТЕКНОЛОДЖИЗ
ЭлЭлСи (US)**

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ГЛУТАРОВОГО АЛЬДЕГИДА

(57) Реферат:

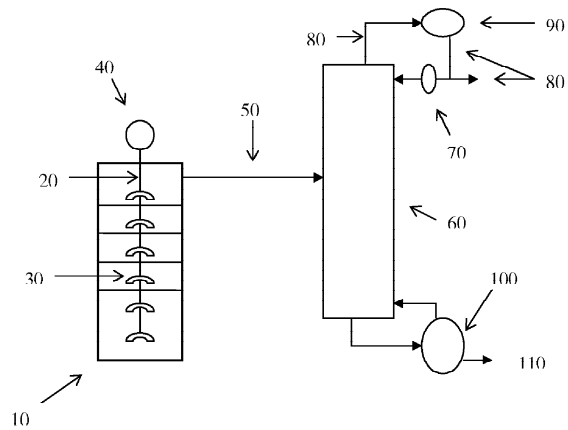
Изобретение относится к новому способу получения glutaraldehyde. Способ включает реакцию в сосуде при температуре от 80 до 120°C реакционной смеси, содержащей производное алкоксидигидропирана формулы I



I

в которой R имеет значение C₁-C₂₀алкил, воду и кислотный катализатор, с получением glutaraldehyde и спирта, соответствующего алкоксигруппе

алкоксидигидропирана. Далее с помощью дистилляционной колонны проводят удаление из реакционной смеси дистиллята, содержащего спирт и непрореагировавший алкоксидигидропиран, с последующим контактированием дистиллята с гетерогенным катализатором, расположенным вне дистилляционной колонны, таким образом, чтобы вступала в реакцию, по меньшей мере, часть алкоксидигидропирана, и возвращением, по меньшей мере, части дистиллята в дистилляционную колонну. Способ позволяет повысить выход glutaraldehyde. 7 з.п. ф-лы, 3 ил., 1 табл.



Фиг. 1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.

C07C 45/60 (2006.01)*C07C 47/12* (2006.01)**(12) ABSTRACT OF INVENTION**(21)(22) Application: **2011101714/04, 09.06.2009**(24) Effective date for property rights:
09.06.2009

Priority:

(30) Convention priority:
19.06.2008 US 61/073,885(43) Application published: **27.07.2012 Bull. 21**(45) Date of publication: **10.10.2013 Bull. 28**(85) Commencement of national phase: **19.01.2011**(86) PCT application:
US 2009/046730 (09.06.2009)(87) PCT publication:
WO 2009/155169 (23.12.2009)

Mail address:

**129090, Moskva, ul. B. Spasskaja, 25, str.3, OOO
"Juridicheskaja firma Gorodisskij i Partnery",
pat.pov. A.V.Mitsu, reg.№ 364**

(72) Inventor(s):

**GARTNER Charl'z D. (US),
LIGON Timoti D. (US)**

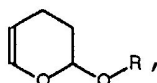
(73) Proprietor(s):

DAU GLOBAL TEKNOLODZhIZ EhIEhISi (US)**(54) METHOD OF PRODUCING GLUTARIC ALDEHYDE**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: invention relates to a novel method of producing glutaric aldehyde. The method involves reaction, in a vessel at temperature of 80-120°C, of a reaction mixture containing an alkoxy dihydropyran derivative of formula I



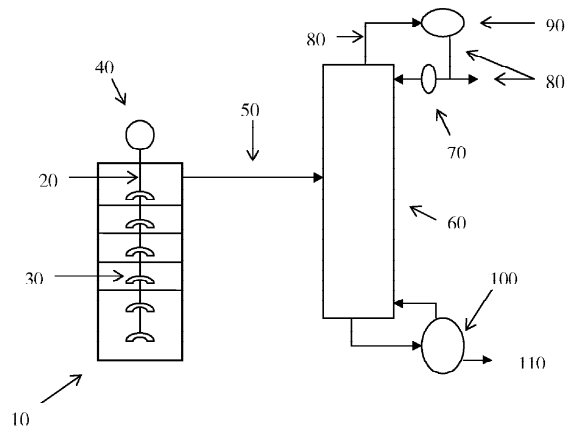
I

wherein R denotes a C₁-C₂ alkyl,

water and an acid catalyst to obtain glutaric aldehyde and an alcohol, corresponding to the alkoxy group of alkoxy dihydropyran. Further, a distillation column is used to remove, from the reaction mixture, a distillate containing alcohol and unreacted alkoxy dihydropyran, followed by contacting the distillate with a heterogeneous catalyst lying outside the distillation column such that at least a portion of alkoxy dihydropyran reacts and returning at least a portion of the distillate into the distillation column.

EFFECT: method increases output of glutaric aldehyde.

8 cl, 3 dwg, 1 tbl



Фиг. 1

Перекрестные ссылки на близкие заявки

Это заявка испрашивает приоритет заявки на патент США, серийный номер 61/073885, поданный 19 июня 2008 года, содержание которого включено здесь ссылкой.

Область техники

Изобретение относится к способу получения глутарового альдегида.

Уровень техники

Глутаровый альдегид получают в промышленном масштабе гидролизом 2-метокси-3,4-дигидро-2Н-пирана (МДП) в присутствии кислотного катализатора и воды. Неочищенный продукт гидролиза перегоняют с получением головного потока метанола - побочного продукта реакции, - который сам пригоден для рециркуляции и использования в других производственных процессах, и хвостовых продуктов, содержащих глутаровый альдегид в воде. Глутаровый альдегид является важным химикатом, который используют, например, как биоцид или для дубления кожи.

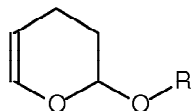
В известных процессах производства глутарового альдегида часть непрореагировавшего исходного материала МДП удаляют при перегонке, наряду с побочным метанолом. Хотя количество МДП обычно мало, присутствие МДП в отогнанном метаноле является нежелательным по ряду причин, включая ту, что выход глутарового альдегида снижается в результате потери МДП, и ту, что МДП является примесью в побочном метаноле, который, как отмечено выше, является материалом, который пригоден для повторного использования и полезен в других промышленных процессах.

Изобретение предназначено устранить имеющиеся недостатки текущего способа производства глутарового альдегида.

Сущность изобретения

Изобретение предлагает способ получения глутарового альдегида. Способ включает:

(а) реакцию в сосуде при температуре от 80 до 120°C реакционной смеси, включающей алкоксидигидропираны формулы I



I

в которой R имеет значение C₁-C₂₀ алкил, воду и кислотный катализатор с получением глутарового альдегида и спирта, соответствующего алкоксигруппе алкоксидигидропирана;

(b) удаление из реакционной смеси дистиллята, включающего спирт и непрореагировавшее производное алкоксидигидропирана, в котором указанное удаление осуществляют с применением дистилляционной колонны;

(c) контактирование дистиллята с гетерогенным катализатором, расположенным вне дистилляционной колонны таким образом, что, по меньшей мере, часть производного алкоксидигидропирана реагирует там; и

(d) возвращение, по меньшей мере, части дистиллята стадии (c) в дистилляционную колонну.

Краткое описание чертежей

Фиг.1 является схематическим чертежом типичного варианта конструкции аппарата, который может использоваться, чтобы выполнить способ по изобретению.

Фиг.2 является схематическим чертежом аппарата, показывающим размещение гетерогенного катализатора в различных местах.

Фиг.3 является схематическим чертежом аппарата для проверки влияния расположения гетерогенного катализатора на способ получения глутарового альдегида.

Подробное описание изобретения

Как отмечено выше, изобретение обеспечивает способ получения глутарового альдегида. Важной особенностью способа по изобретению является использование гетерогенного катализатора, чтобы эффективно гидролизовать непрореагировавший алкоксидигидропиран, который уносится побочным спиртом во время отгонки спирта из реакционной смеси с глутаровым альдегидом. Гетерогенный катализатор размещают вне дистилляционной колонны таким образом, чтобы, по меньшей мере, часть дистиллята колонны могла контактировать с катализатором. При гидролизе алкоксидигидропирана в потоке дистиллята способ преимущественно увеличивает выход глутарового альдегида, а также обеспечивает побочный спирт, который менее загрязнен алкоксидигидропираном.

Дистилляционная колонна для использования в изобретении является предпочтительно многоходовой тарельчатой установкой, содержащей достаточное количество теоретических тарелок (обычно, по меньшей мере, 2, более типично, по меньшей мере, 20 тарелок), чтобы привести к желательному отделению глутарового альдегида и воды от побочного спирта.

Согласно изобретению гетерогенный катализатор может быть расположен где-нибудь вне дистилляционной колонны при условии, что, по меньшей мере, часть дистиллята из колонны может быть введена в контакт с ним. Например, катализатор может быть расположен в пределах системы обратного стока головного потока обычно оборудованной колонны, такой как конденсатор, приемник конденсатора или линия конденсированного потока стока. В качестве дальнейшего примера катализатор может быть расположен рядом с дистилляционной колонной таким образом, чтобы поток жидкости или пара из любой из тарелок выше питающей тарелки колонны мог быть пропущен через гетерогенный катализатор и затем возвращен в колонну в соответствующей точке. Такой точкой является обычно та же самая тарелка, что и тарелка отбора, или одна из тарелок, расположенных рядом с тарелкой отбора.

Расположение гетерогенного катализатора по изобретению и, в частности, когда катализатор расположен на участке обратного стока головного потока дистилляционной колонны выгодно, так как непрореагировавший алкоксидигидропиран относительно концентрирован в этой точке, что, тем самым, улучшает его предельную конверсию в глутаровый альдегид. Важно, что при размещении гетерогенного катализатора, как описано здесь, преимущество достигается без значительного образования цвета в продукте - глутаровом альдегиде. Напротив, размещение катализатора в пределах дистилляционной колонны, особенно в более низких участках дистилляционной колонны, где имеется значительная концентрация глутарового альдегида, приводит к полимеризации глутарового альдегида и образованию цвета в потоке, вызванном действием катализатора на глутаровый альдегид и близкие компоненты реакционной смеси. Размещение катализатора в питающем трубопроводе дистилляционной колонны также не дает преимуществ из-за возможности образования цвета в потоке.

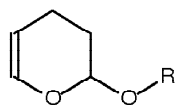
Гетерогенным катализатором обычно является органическая или минеральная

кислота, которая закреплена на твердом носителе. Носители кислоты не должны значительно вымываться в жидкий поток, текущий мимо него, и твердый носитель должен быть устойчив в присутствии закрепленной кислоты и жидкого потока, с которым он контактирует. Предпочтительно применяют гранулы смол, функционализированные кислотой (кислотные ионообменные смолы являются примером), или цеолиты, или глины, показывающие кислотную функциональность. Наиболее предпочтительными являются кислотные ионообменные смолы, такие как Дауэкс MSC-1 (Dowex MSC-1, доступный от Компании Dow Chemical) и Амберлист 15 (Amberlyst 15, доступный от Rohm & Haas). Эти наиболее предпочтительные катализаторы особенно полезны, потому что они не добавляют значительно кислотных частиц в потоки, контактирующие с ними.

Гетерогенный катализатор может быть использован в различных формах, чтобы облегчить доступ дистиллята к катализатору. Например, катализатор может присутствовать в резервуаре, реакторе или может быть в форме слоя катализатора, фильтра или суспензии. Какой бы ни была форма, она должна обеспечить достаточный контакт между текущим потоком и катализатором. Предпочтительно применяют резервуар или реактор, имеющий распределитель жидкости на входе потока и наполненный или частично наполненный гетерогенным катализатором, и затем фильтрующее или ситовое устройство, чтобы предотвратить вытекание гетерогенного катализатора из реактора вместе с потоком, который возвращают в дистилляционную колонну.

Количество гетерогенного катализатора, желательного для изобретения, зависит от нескольких факторов и может быть легко определено специалистом в технологии. Факторы включают: 1) время пребывания или время контакта текущей жидкости и катализатора; 2) температуру жидкости и, следовательно, катализатора; и 3) концентрацию кислотных центров катализатора, часто выражаемую как число миллиэквивалентов на кубический сантиметр объема слоя смолы. Приводим неограничивающий пример: для смолы с кислотностью от 0,1 до 2 миллиэквивалент/см³ слоя смолы типичное время пребывания в пределах слоя катализатора может составить 10 секунд или больше, а типичная температура обратного стока головного потока может быть от 40 до 60°C.

Способ по изобретению полезен для получения глутарового альдегида из производных алкоксидигидропирана формулы I



I

в которой R имеет значение C₁-C₂₀ алкил. Предпочтительно, R имеет значение C₁-C₆ алкил, более предпочтительно C₁-C₃ алкил. Наиболее предпочтительно, R имеет значение метил (соединением, поэтому, является 2-метокси-3,4-дигидро-2H-пиран (МДП)). В случае МДП побочным спиртом является метанол.

Чтобы получить глутаровый альдегид, алкоксидигидропиран формулы I гидролизуют водой в присутствии кислотного катализатора. В дополнение к образованию глутарового альдегида в реакции также образуется спирт формулы R-OH в качестве побочного продукта. Тип сосуда, используемого для реакции, не важен. В предпочтительном варианте конструкции реактор оборудован перемешивающим устройством с центральным валом, приводимым в действие двигателем, и разделен на одну или несколько секций, которые действуют как «с перемешиванием непрерывного

действия» (CSIR). Реакцию выполняют при температуре от 80 до 120°C, более предпочтительно от 95 до 110°C. Время реакции составляет приблизительно от 1 до 24 часов, более типично приблизительно от 1 до 3 часов.

Различные кислотные катализаторы могут использоваться для реакции гидролиза в массе, включая органические кислоты, такие как насыщенные и ненасыщенные карбоновые кислоты, имеющие от 1 до 10 атомов углерода или многофункциональные кислоты, такие как малеиновая кислота. Предпочтительно применяют минеральные кислоты, такие как фосфорная кислота, борная кислота, азотная кислота, серная кислота или кислые соли, например NaH_2PO_4 . Фосфорная кислота особенно предпочтительна. В дополнение к обеспечению соответствующей кислотной силы для эффективного катализа реакции фосфорная кислота также генерирует буфер pH, будучи частично нейтрализована нейтрализующим агентом, таким как бикарбонат натрия. Буферный pH~4 стабилизирует глутаровый альдегид-продукт. Количество кислотного катализатора должно быть таким, чтобы концентрация кислоты в реакторе была в интервале от 0,01 до приблизительно 0,2 вес.%. Как правило, кислотный катализатор смешивают с водой приблизительно до концентрации 0,1 вес.%

и подают совместно с производным алкоксидигидропирана в реактор. Другие растворители могут использоваться кроме воды или вместо воды, такие как спирт, алкоксидигидропиран или смеси глутаровый альдегид-вода. Далее дополнительная вода может быть добавлена предпочтительно в таком количестве, чтобы глутаровый альдегид был получен в желательной концентрации при последующем удалении спирта после завершения реакции. Предпочтительные концентрации глутарового альдегида составляют от 5 до 75 вес.%, более предпочтительно от 25 до 65 вес.%.

Типичный вариант осуществления способа по изобретению в работе поясняется на фиг.1. Обратимся сейчас к фиг.1, алкоксидигидропиран и воду наряду с кислотным катализатором, причем катализатор предпочтительно заранее смешивают с водой или частью воды, чтобы получить раствор, вводят с одного конца реактора 10, имеющего нескольких внутренних перегородок, превращающих его в CSIR. Реактор 10 далее оборудован центральным валом 20 с лопастями 30 и двигателем 40. Реактор предпочтительно эксплуатируется при повышенной температуре, такой как от 80 до 120°C, более предпочтительно от приблизительно 95 до 110°C. После приблизительно 1-2 часов времени реакции выходящий поток из реактора переводят в многоходовую тарельчатую дистиляционную колонну 60 подачей под действием давления или перекачкой по линии 50. Емкость промежуточного хранения может также быть представлена на линии 50. В пределах многоходовой тарельчатой дистиляционной колонны побочный спирт и, как отмечено выше, незначительное количество алкоксидигидропирана (обычно 2 вес.% или меньше) отделяют от продукта глутаровый альдегид/вода и удаляют из системы как дистиллят 80. Обогащенный метанолом дистиллят 80 конденсируют в конденсаторе 90 и затем, по меньшей мере, часть его вводят в контакт с гетерогенным катализатором 70, который в этом типичном варианте осуществления расположен на линии обратного стока головного потока дистиляционной колонны. В этом типичном варианте осуществления бойлер колонны дистиляции для испарения жидкости, подлежащей возврату в дистиляционную колонну, показан как 100. Поток хвостов глутаровый альдегид-вода (куб) показан как 110.

Контактирование части потока дистиллята 80, который возвращают в дистиляционную колонну (обратный сток), с гетерогенным катализатором 70 приводит к тому, что, по меньшей мере, часть непрореагировавшего

алкоксидигидропирана в дистилляте 80 реагирует с побочным спиртом или водой в потоке. При реакции с водой непосредственно образуется глутаровый альдегид.

Глутаровый альдегид, произведенный таким образом, увеличивает полный выход продукта. Глутаровый альдегид или алкоксидигидропиран обычно также реагируют со спиртом в присутствии катализатора с получением других материалов, таких как диалкоксипираны (а также ацетали, полуацетали, альдегиды и т.д.).

Диалкоксипирановые материалы перемещаются в куб колонны вследствие своей более высокой точки кипения и гидролизуются с образованием дополнительного количества глутарового альдегида и спирта ниже питающей тарелки в колонне, где присутствуют как кислота, так и вода, таким образом, далее увеличивая выход глутарового альдегида.

Глутаральдегидные кубовые материалы могут использоваться без дальнейшей переработки, или они могут быть частично нейтрализованы основанием, таким как гидроксид натрия, бикарбонат натрия или карбонат натрия, чтобы привести рН потока к желательному значению, такому как 3-5, чтобы увеличить стабильность кубового потока. Могут быть добавлены дополнительная вода или другие ингредиенты, чтобы произвести различные составы глутарового альдегида, если желательно.

Следующие примеры иллюстрируют изобретение, но не предназначены ограничивать его объем.

ПРИМЕРЫ

Общее

Примеры сравнивают размещение гетерогенного катализатора в двух различных местах относительно дистилляционной колонны, используемой для выделения спирта из реакции в массе. Протестированные места показаны на фиг.2. «В» представляет расположение гетерогенного катализатора согласно изобретению. «А» представляет расположение не по изобретению, используемое для сравнительных целей.

Лабораторный прибор для моделирования влияния размещения гетерогенного катализатора используется в примерах и изображен на фиг.3. Как показано, стеклянную колонку 200 (внутренний диаметр 1,5 см на примерно 25 см длины), имеющую тефлоновые переходники (от колонки к трубке 0,32 см) на каждом конце, заполняют стеклянными гранулами (3 мм) с обоих концов в качестве инертного носителя, а центральную секцию заполняют смолой кислотного ионообменного катализатора. Колонку погружают в термостатированную и перемешиваемую водяную баню 210. Течение жидкости в колонке обеспечивают регулируемым перистальтическим насосом 220. Питающую линию 230 изготавливают из трубки 0,32 см из нержавеющей стали 316 в форме змеевика, погруженного в водяную баню для подогрева подаваемой жидкости до входа в колонку. Тефлоновую трубку 0,32 см 240 используют для выпуска потока продукта, чтобы распределять продукт в контейнер для образцов или емкость для хранения, если желательно. Весь объем канала течения от начала слоя катализатора до конца выпускной трубки составляет приблизительно 20 мл. После того, как изменение скорости подачи произведено, система функционирует до тех пор, пока, по меньшей мере, 40 мл подаваемого материала (приблизительно два объема канала течения оборудования) не будут переработаны прежде, чем производят отбор пробы, чтобы гарантировать, что произведенный отбор пробы продукта соответствует именно этой объемной скорости потока. Это проверяют, производя отбор проб в условиях опыта в два различных момента времени, разделенные временем, которое требуется для того, чтобы, по

меньшей мере, другие 20 мл подаваемого материала были переработаны. Если два отбора проб не дают близких аналитических результатов, то промежуток времени между отборами увеличивают, пока отбор пробы действительно не даст близких результатов. В этих примерах МДП используют в качестве алкоксидигидропирана (побочным спиртом является метанол).

При тестировании точки А (фиг.2) целью каталитического слоя смолы является конвертировать столько МДП в глутаровый альдегид, сколько возможно. Типичный состав подаваемого материала, тестированного в этой точке, составляет приблизительно 14 вес.% MeOH, 42 вес.% глутарового альдегида, 42 вес.% воды и 2 вес.% МДП.

При тестировании точки В (фиг.2) каталитический слой смолы должен гидролизовать некоторое количество МДП в глутаровый альдегид, а остальную часть МДП в диалкоксилированные изомеры 2,6-диметокситетрагидро-2Н-пирана (оба упомянуты здесь как ДМТГП). Типичный состав подаваемого материала, тестированного в этом пункте, составляет приблизительно 96 вес.% MeOH, 2 вес.% воды и 2 вес.% МДП.

Первой изученной гетерогенной каталитической смолой является Амберлист 15-W (Rohm & Haas Amberlyst 15-W). Эта смола является сильнокислотной, макросетчатой полимерной смолой в гранулах, содержащей сульфокислотные группы, в водных и неводных системах. W указывает, что смола приобретена в гидрофильном состоянии. Вторая смола, Дауэкс М-31 (Dowex™ М-31), подобна Амберлист 15-W (сильнокислотная, макросетчатая полимерная смола в гранулах, содержащая сульфокислотные группы, в водных и в неводных системах). Третьей изученной смолой является смола Dowex™ МАС (кислотная, макросетчатая полимерная смола в гранулах, содержащая карбоксильные кислотные группы, в водных и неводных системах). Смолу Dowex МАС включают, чтобы определить, действует ли «более слабая» кислотная смола по-другому, чем сильнокислотные катализаторы, особенно в точке А.

Чтобы моделировать температуры установки, тесты точки А проводят при температуре 90-93°C, а тесты точки В проводят при 41°C.

Газовую хроматографию (ГХ) используют, чтобы исследовать выходящие потоки каждого эксперимента.

Обсуждение: опыты по точке А

Найдено, что опыты в точке А с сильнокислотными катализаторами (Амберлист 15-W или Дауэкс М-31), как найдено, быстро конвертируют МДП, но производят быстрое окрашивание жидкости. Смола также становится темного цвета после всего лишь нескольких часов работы. Увеличение скорости подачи, чтобы снизить время пребывания в слое катализатора, снижает уровень окрашивания жидкости, но не так резко, как желательно. Необходимы времена пребывания в слое меньше, чем 50 секунд, но даже тогда смола быстро изменяет цвет и приобретает видимое окрашивание.

Газохроматографический анализ показывает, что пик МДП значительно уменьшается и образуются несколько новых пиков. Некоторые из этих пиков установлены с использованием газовой хроматографии/масс-спектрометрии, как соответствующие соединениям 5,5-диметоксипентан-1-аль (ацеталь) и 1,1,5,5-тетраметоксипентан (диацеталь).

Использование смолы Дауэкс МАС, имеющей «более слабые» карбоксильные кислотные функциональные группы, снижает появление цветообразования, а также

менее эффективно при катализе конверсии МДП в ДМТГП.

Обсуждение: опыты по точке В

В этих экспериментах изучено размещение гетерогенного катализатора в точке В.

Пропускают 2 вес.% МДП и 2 вес.% воды в метанольном потоке через 10,6-см³ слой смолы Дауэкс М-31 при 41°C. Материал, после прохождения через слой катализатора, анализируют газовой хроматографией. Пробы продукта реакции отбирают при разных скоростях подачи. Эта скорость подачи соответствует часовой объемной скорости (ЧОС; где ЧОС определяют как объемная скорость потока в час/объем слоя катализатора; то есть галлоны подачи в час/галлоны слоя смолы, что дает единицу: час⁻¹) в пределах от 5,7 до 56,6 час⁻¹. С использованием подсчета площади пика МДП в каждой хроматограмме может быть определен процент конверсии МДП в зависимости от ЧОС. Данные представлены в Таблице 1.

Таблица 1

Скорость потока (мл/мин)	ЧОС (ч ⁻¹)	Подсчет площади МДП	Снижение МДП (%)
1	5.7	<1,000	100
2	11.3	<1,000	100
4	22.6	~1,500	99.5
8	45.2	10,650	97.0
10	56.6	23,800	93.3

Часовая объемная скорость, ЧОС (ч⁻¹) = 60 * Скорость потока (см³/мин) / Объем слоя катализатора, где Объем слоя катализатора = Объем смолы + пустой Объем = Полное занятое пространство (см³).

Важно, что при всех условиях эксплуатации, протестированных на лабораторном оборудовании, никакого образования цвета не происходило, когда кислотный катализатор был размещен в точке В.

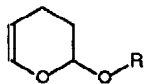
Полная конверсия МДП в глутаровый альдегид не требуется в точке В, потому что большая часть непрореагировавшего МДП будет проходить через слой снова. Например, при коэффициенте дефлегмации 3,75% этот МДП возвратится в реактор с обратным стоком, в предположении, что никакой конверсии МДП не происходит в пределах самой колонны. Чем выше коэффициент дефлегмации, тем менее эффективна однократная конверсия (конверсия за проход) МДП.

В то время как изобретение было описано выше согласно его предпочтительным вариантам осуществления, оно может быть изменено в пределах сущности и объема изобретения. Это заявка, следовательно, предназначена охватывать любые изменения, использования или адаптации изобретения, используя общие принципы, раскрытые здесь. Далее заявка предназначена охватывать такие отклонения от существующего изобретения, которые находятся в пределах известной или общепринятой практики в технологии, к которой относится это изобретение, и которые попадают в рамки следующей формулы изобретения.

Формула изобретения

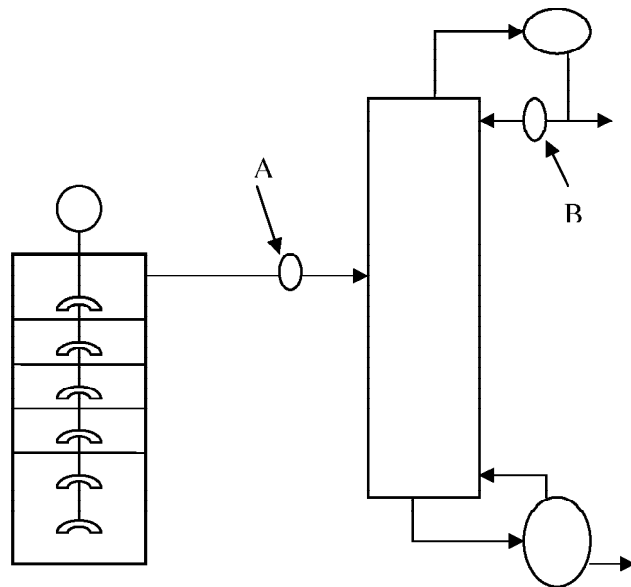
1. Способ получения глутарового альдегида, включающий:

(а) реакцию в сосуде при температуре от 80°C до 120°C реакционной смеси, содержащей производное алкоксидигидропирана формулы I

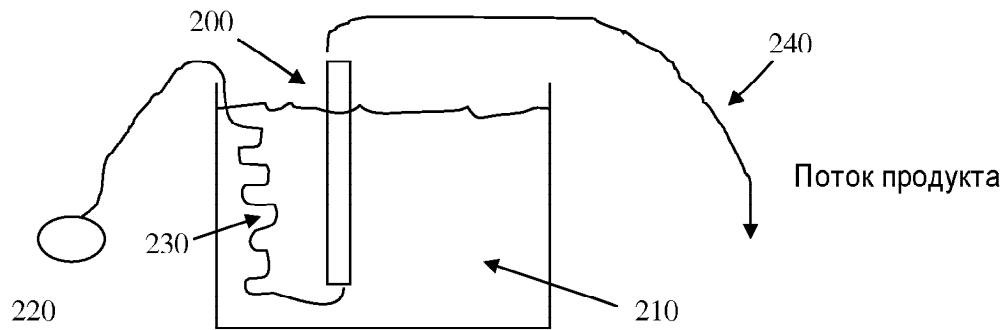


I

- 5 в которой R имеет значение C_1-C_{20} алкил, воду и кислотный катализатор, с получением глутарового альдегида и спирта, соответствующего алкоксигруппе алкоксидигидропирана;
- б) удаление из реакционной смеси дистиллята, содержащего спирт и непрореагировавший алкоксидигидропиран, в котором указанное удаление
10 производят с помощью дистилляционной колонны;
- с) контактирование дистиллята с гетерогенным катализатором, расположенным вне дистилляционной колонны, таким образом, чтобы вступала в реакцию, по меньшей мере, часть алкоксидигидропирана; и
- 15 д) возвращение, по меньшей мере, части дистиллята стадии (с) в дистилляционную колонну.
2. Способ по п.1, в котором дистилляционная колонна оборудована системой обратного стока головного потока, включающей конденсатор, приемник конденсатора и линию конденсированного обратного стока головного потока, и
20 гетерогенный катализатор размещают в системе обратного стока головного потока.
3. Способ по п.2, в котором гетерогенный катализатор размещают в линии конденсированного обратного стока головного потока.
4. Способ по п.2, в котором гетерогенный катализатор размещают в приемнике
25 конденсатора.
5. Способ по любому из пп.1-4, в котором производным алкоксидигидропирана является 2-метокси-3,4-дигидро-2H-пиран.
6. Способ по любому из пп.1-4, в котором гетерогенным катализатором являются гранулы смолы, функционализированной кислотой, цеолиты или глины.
- 30 7. Способ по любому из пп.1-4, в котором гетерогенным катализатором является кислотная ионообменная смола.
8. Способ по любому из пп.1-4, в котором R в формуле I имеет значение метил.



Фиг. 2



Фиг. 3