



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

216 044

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 22 10 79
(21) PV 7140-79

(51) Int. Cl.³ C 07 C 33/22

(40) Zveřejněno 27 02 81
(45) Vydáno 01 09 84

(75)
Autor vynálezu

SCHREIBER JIŘÍ dr. ing. CSc., PARDUBICE, PSCHIEDT JIŘÍ ing., BOHDANEČ,
JANDA FRANTIŠEK ing., PARDUBICE

(54)

Způsob kontinuální přípravy benzylalkoholu

1

Vynález se týká přípravy benzylalkoholu hydrólýzou benzylchloridu. Hydrolýza se provádí vodnými roztoky uhličitaneů nebo hydroxidů alkalických kovů. Přitom probíhají i vedlejší reakce, kterými vzniká mimo benzylalkohol též benzyléter a benzaldehyd. Část benzylchloridu zůstává v reakční směsi nezreagována.

Výroba benzylalkoholu hydrolýzou benzylchloridu se provádí jednak diskontinuálním způsobem v míchaném reaktoru, jednak kontinuálně v trubkových a speciálních průtokových reaktorech.

Diskontinuální způsob je poměrně nákladný a vykazuje nízkou produktivitu práce. Kontinuální způsob se provádí za teplot 150 až 350 °C a tlaků přes 1,5 MPa v reaktorech z niklové slitiny. Dimenzování reaktoru z niklové slitiny pro uvedené teplotní a tlakové parametry si vyžaduje značné investiční náklady.

Nevýhody obou uvedených způsobů jsou odstraněny způsobem kontinuální přípravy benzylalkoholu hydrolýzou benzylchloridu vodným roztokem uhličitaneů nebo hydroxidů alkalických kovů podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že se hydrolýza provádí ve 2 až 4 za sebou zapojených oddělených prostorech při teplotě 90 až 150 °C za tlaku atmosférického až 1,4 MPa, přičemž reakční směs je míchána tak, že vzniká turbulence, charakterisovaná měrným příkonem 0,5 až 20 kW/m³, užitečného reakčního prostoru.

Výhodou tohoto způsobu přípravy benzylalkoholu jsou takové reakční podmínky, že je možné k výrobě použít běžně nakupované zařízení, což nevyžaduje žádné mimořádné investiční náklady.

Pro objasnění podstaty vynálezu jsou dále uvedeny příklady provedení.

Příklad 1

(uváděná procenta jsou procenta hmotnostní)

Ke kontinuální výrobě benzylalkoholu hydrolyzou benzylchloridu slouží zařízení sestávající ze dvou smaltovaných opláštěvaných reaktorů o vnitřním průměru 300 mm a celkové výšce 495 mm, opatřených přepadem ve výšce 295 mm, čímž je vymezen reakční prostor o objemu $20 \pm 0,2$ litrů. Reaktor je opatřen šestilopátkovým míchadlem s rovnými, šikmo umístěnými lopatkami. Míchadlo má 1 000 obr./min a měrný příkon předávaný míchadlem kapalině je $4,1 \text{ kW/m}^3$. Každý reaktor je vybaven zpětným chladičem o ploše $0,3 \text{ m}^2$ chlazeným vodou, teploměrem a tlakoměrem. Dávkování komponent je zajištěno plynule regulovatelnými dávkovacími čerpadly. Vyroběný produkt přepadá do tlakového zásobníku opatřeného tlakoměrem a regulovatelným odplynovacím ventilem.

Do obou reaktorů se předkládá po 3,2 kg benzylchloridu a 17,5 kg roztoku sody o koncentraci 9,75 %, spustí se míchání a ohřev parou do pláště reaktoru. Po 4 h zahřívání na 95 až 98 °C se při zachování této teploty a atmosférického tlaku započne do prvního reaktoru dávkovat $480 \pm 20 \text{ cm}^3/\text{h}$ benzylchloridu a $2\,580 \pm 50 \text{ cm}^3/\text{h}$ vodného roztoku sody. Zařízení produkuje 389 g/h organické vrstvy, která obsahuje 1,21 % benzylchloridu, 7,23 % benzyléteru, 2,66 % benzaldehydu, 88,88 % benzylalkoholu a 2 830 g/h vodné vrstvy obsahující 3,01 % benzylalkoholu. Celkový výtěžek benzylalkoholu je 95,5 % teorie.

Příklad 2

Při zachování aparatury i postupu uvedeného v příkladu 1 se reaktory zaplněné reakční směsí zahřívají na teplotu 112 až 115 °C za tlaku 0,15 až 0,16 MPa. Do reaktoru se při těchto parametrech dávkuje $960 \pm 20 \text{ cm}^3/\text{h}$ benzylchloridu a $5\,160 \pm 50 \text{ cm}^3/\text{h}$ vodného roztoku sody. Získá se 775 g/h organické vrstvy, která obsahuje 1,30 % benzylchloridu, 6,88 % benzyléteru, 2,73 % benzaldehydu, 89,09 % benzylalkoholu a 5 560 g/h vodné vrstvy obsahující 2,96 % benzylalkoholu. Celkový výtěžek benzylalkoholu je 95,0 % teorie.

Příklad 3

Při zachování aparatury i postupu uvedeného v příkladu 1 se místo roztoku sody dávkuje $2\,630 \text{ cm}^3/\text{h}$ vodného roztoku uhličitanu draselného o koncentraci 12,4 %, $2\,555 \text{ cm}^3/\text{h}$ vodného roztoku NaOH o koncentraci 4,0 % a $2\,575 \text{ cm}^3/\text{h}$ vodného roztoku KOH o koncentraci 5,4 %. Složení reakční směsi i výtěžky byly za použití uvedených látek v rozmezí směrodatné odchylky totožné s hodnotami uvedenými v příkladu 1.

Příklad 4

Zařízení k výrobě benzylalkoholu hydrolyzou benzylchloridu se přítomností inertního rozpouštědla sestává ze tří smaltovaných opláštěvaných reaktorů se stejným vybavením jako v příkladu 1.

Do každého ze tří reaktorů se předloží 2,5 kg benzylchloridu, 2,5 kg chlorbenzenu a 16 kg roztoku sody o koncentraci 10 % hmot., spustí se míchadlo a ohřev. Po 10 h zahřívání na 97° až 100 °C se započne dávkovat do prvního reaktoru $640 \pm 20 \text{ cm}^3/\text{h}$ směsi benzylchloridu a chlorbenzenu v hmot. poměru 1 : 1 a $1710 \pm 50 \text{ cm}^3/\text{h}$ vodného roztoku sody o koncentraci 10 % hmot. Zařízení produkuje 652 g/h organické vrstvy obsahující 1,41 % benzylchloridu, 1,16 % benzyléteru, 1,40 % benzaldehydu, 42,13 % benzylalkoholu, 50,90 % chlorbenzenu a 1870 g/h vodné vrstvy obsahující 0,62 % benzylalkoholu. Celkový výtěžek benzylalkoholu je 95,2 % teorie.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob kontinuální přípravy benzylalkoholu hydrolyzou benzylchloridu vodným roztokem uhličitane alkalických kovů nebo hydroxidu alkalických kovů, případně za přítomnosti pomocného inertního organického rozpouštědla, vyznačující se tím, že se hydrolyze provádí při teplotě 90 až 150 °C za tlaku atmosférického až 1,4 MPa ve 2 až 4 za sebou zapojených oddělených prostorech s mícháním reakční směsi, přičemž měrný příkon předávaný kapalině je 0,5 až 20 kW/m³ užitečného reakčního prostoru.