

(19)



URZĄD
PATENTOWY
RZECZYPOSPOLITEJ
POLSKIEJ

(10) **PL 247406 B1**

(12)

Opis patentowy

(21) Numer zgłoszenia: **443361**

(22) Data zgłoszenia: **2022.12.28**

(43) Data publikacji o zgłoszeniu: **2024.07.01 BUP 27/2024**

(45) Data publikacji o udzieleniu patentu: **2025.06.23 WUP 25/2025**

(51) MKP:

C07C 51/235 (2006.01)

C07C 53/126 (2006.01)

(73) Uprawniony z patentu:

**GRUPA AZOTY ZAKŁADY AZOTOWE
KĘDZIERZYN SPÓŁKA AKCYJNA,
Kędzierzyn-Koźle, PL
POLITECHNIKA ŚLĄSKA, Gliwice, PL**

(72) Twórca(-y) wynalazku:

**ŁUKASZ CZIESZOWIC, Pilchowice, PL
EWA PANKALLA, Głogówek, PL
BEATA ORLIŃSKA, Gliwice, PL
DAWID LISICKI, Gliwice, PL**

(74) Pełnomocnik:

rzecz. pat. Katarzyna Borkowy, Gliwice, PL

(54) Tytuł:

Sposób otrzymywania kwasu 2-etyloheksylowego

PL 247406 B1

Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania kwasu 2-etyloheksanowego, mający zastosowanie w przemyśle chemicznym, kosmetycznym i farmaceutycznym, a jako półprodukt stosowany w produkcji farb i lakierów. Estry kwasu 2-etyloheksanowego stosowane są jako stabilizatory polichloroku winylu i plastyfikatory.

Kwas 2-etyloheksanowy otrzymywany jest w wyniku utleniania 2-etyloheksanolu lub 2-etyloheksanal.

W opisie patentowym **SU557566** przedstawiono sposób otrzymywania kwasu 2-etyloheksanowego poprzez utlenianie 2-etyloheksanal mieszaliną powietrza i ozonu, w obecności octanu kobaltu jako katalizatora, w temperaturze od 80°C do 100°C.

Z polskiego opisu patentowego **PL177034** znany jest sposób wytwarzania kwasu 2-etyloheksanowego poprzez utlenianie 2-etyloheksanal tlenem lub powietrzem, w temperaturze od 20°C do 90°C w sposób ciągły, przy stosunku molowym tlenu do 2-etyloheksanal wynoszącym od 0,5 : 1 do 10 : 1.

Z chińskich opisów patentowych **CN1422840** i **CN1410407** znany jest sposób utleniania 2-etyloheksanal, wobec soli manganu, miedzi, potasu i sodu w postaci octanów. Procesy prowadzono w temperaturze do 70°C i pod ciśnieniem do 2 MPa. Jako rozpuszczalniki zastosowano kwas 2-etyloheksanowy, kwas masłowy, lodowaty kwas octowy oraz kwas propionowy.

Ponadto znany jest z opisu **RO 110479** sposób utleniania 2-etyloheksanal powietrzem w 40°C do 90°C, w którym oprócz soli manganu dodano kwas ortofosforowy.

W innym chińskim opisie patentowym **CN109433270** przedstawiono zastosowanie w procesie utleniania 2-etyloheksanal jako katalizatora żelazoporfirynę na nośniku z modyfikowanej krzemionki. Reakcję prowadzono w czasie od 3 h do 9 h, w temperaturze od 10°C do 50°C, z dodatkiem kwasu oktanowego lub 2-etyloheksanowego.

W chińskim opisie patentowym **CN109609488** opisano proces otrzymywania kwasu 2-etyloheksanowego z zastosowaniem lipazy immobilizowanej na karboksymetylo-β-cyklodekstrynie i poliallilaminie, prowadząc proces w temperaturze od 10°C do 40°C stosując jako rozpuszczalnik kwas 2-etyloheksanowy lub kwas oktanowy.

Niedogodnością znanych ze stanu techniki procesów utleniania 2-etyloheksanal tlenem/powietrzem jest niska konwersja i selektywność reakcji, stosowanie katalizatorów na bazie soli metali przejściowych, lub innych dodatków wpływających negatywnie na bilans ekonomiczny i środowiskowy. Opracowanie selektywnej i wydajnej metody utleniania 2-etyloheksanal powietrzem do kwasu 2-etyloheksanowego, wykorzystującej tanie, dostępne handlowo katalizatory jest ważnym zagadnieniem.

Szukając dla przemysłowych procesów utleniania nowych rozwiązań spełniających rygorystyczne wymagania ochrony środowiska, a jednocześnie poprawiających ekonomiczność procesu prowadzone są badania nad zastosowaniem nowych katalizatorów, w tym organokatalizatora *N*-hydroksyftalimidu. Katalizator ten umożliwia prowadzenie utleniania w łagodnych warunkach. Otrzymywany jest z tanich i dostępnych surowców jak bezwodnik ftalowy i sól hydroksyloaminy.

Z literatury niepatentowej znany jest sposób wykorzystania *N*-hydroksyftalimidu jako katalizatora procesu utleniania aldehydów do odpowiednich kwasów karboksylowych (Org. Lett, 2019, 21, 5, 1393–1396). Utlenianie 2-etyloheksanal, prowadzono, wobec dodatku 5% NHP1, w temperaturze 30°C w czasie 3 h, w acetonitrylu jako rozpuszczalniku, otrzymując kwas 2-etyloheksanowy z 90% wydajnością. Polarne rozpuszczalniki w procesach katalizowanych *N*-hydroksyftalimidem stosowane są w celu homogenizacji układu, gdyż katalizator ten słabo rozpuszcza się w układach niepolarnych. W przypadku, gdy jako rozpuszczalnik zastosowano wodę, wówczas proces prowadzono przez 12 h i otrzymano kwas z 92% wydajnością.

Zastosowanie *N*-hydroksyftalimidu w procesie utleniania 2-etyloheksanal umożliwia znaczący wzrost konwersji surowca i selektywności kwasu 2-etyloheksanowego. Wykorzystanie acetonitrylu jako rozpuszczalnika wiąże się z koniecznością jego magazynowania, wydzielenia z produktów reakcji oraz oczyszczania. Prowadzenie utleniania w wodzie związane jest z koniecznością wydłużenia czasu trwania utleniania aż do 12 h co zmniejsza wydajność z jednostki objętościowej instalacji.

Korzystne jest stosowanie w procesach przemysłowych tych samych rozpuszczalników na różnych etapach syntezy, wówczas oczyszczanie rozpuszczalnika z tych etapów może odbywać się w jednej instalacji, co upraszcza schemat technologiczny, obniża koszty inwestycyjne i eksploatacyjne. W przypadku procesu utleniania aldehydu 2-etyloheksanowego szczególnie korzystne byłoby zastoso-

wanie jako rozpuszczalnika izobutanolu (2-hydroksybutan). Surowcami w syntezie aldehydu 2-etyloheksyloвого są produkty syntezy OXO tj. hydroformylowania propylenu, jakimi są butanol i izobutanol, które stanowią większy rynek zbytu, jednak wyższą cenę osiąga butanol, natomiast dla izobutanolu poszukuje się nowych zastosowań.

Zagadnieniem technicznym wymagającym rozwiązania jest opracowanie nowego, innowacyjnego sposobu selektywnego utleniania 2-etyloheksanal, gazami zawierającymi tlen, do kwasu 2-etyloheksanowego, wobec tanich, dostępnych handlowo katalizatorów i rozpuszczalników.

Cel ten osiągnięto prowadząc utlenianie 2-etyloheksanolu gazami zawierającymi tlen, wobec *N*-hydroksyftalimidu, w izobutanolu jako rozpuszczalniku.

Sposób utleniania 2-etyloheksanal do kwasu 2-etyloheksyloвого polega na tym, że 2-etyloheksanal utlenia się gazami zawierającymi tlen w obecności od 0,5% do 10% molowych *N*-hydroksyftalimidu, korzystnie 5% mol., w stosunku do 2-etyloheksanal, w izobutanolu jako rozpuszczalniku, w stosunku objętościowym 2-etyloheksanal do izobutanolu mieszczącym się w przedziale od 1:32 do 1:1, korzystnie 1:6,4, utlenianie prowadzi się w czasie od 10 minut do 6 h, korzystnie 3 h, przy od 800 obr./min do 1200 obr./min z przepływem czynnika utleniającego, w temperaturze od 10°C do 80°C, korzystnie 30°C, pod ciśnieniem od 0,1 MPa do 3,0 MPa, korzystnie 0,5 MPa.

Korzystnie w sposobie utleniania 2-etyloheksanal według wynalazku jako czynnik utleniający stosuje się powietrze, powietrze wzbogacone w tlen lub w inny gaz zawierający tlen.

Korzystnie w sposobie utleniania 2-etyloheksanal według wynalazku utlenianie prowadzi się w alifatycznych rozgałęzionych alkoholach o liczbie atomów węgla od 3 do 30, takich jak izopropanol, izobutanol, tert-butanol.

Zaletą rozwiązania według wynalazku jest otrzymanie kwasu 2-etyloheksyloвого z 2-etyloheksanal gazami zawierającymi tlen z najwyższą opisaną dotychczas w literaturze wydajnością, przy całkowitym przereagowaniu surowca. Zastosowanie *N*-hydroksyftalimidu umożliwia prowadzenie reakcji utleniania w niskich temperaturach, co w konsekwencji prowadzi do otrzymania głównego produktu z wysoką selektywnością. Wykorzystanie izobutanolu jako rozpuszczalnika umożliwia zachowanie homogeniczności mieszaniny reakcyjnej, a w warunkach utleniania nie obserwuje się estryfikacji kwasu 2-etyloheksyloвого z izobutanolem. Surowcami w syntezie aldehydu 2-etyloheksyloвого są produkty syntezy OXO tj. hydroformylowania propylenu, jakimi są butanol i izobutanol. Wykorzystanie izobutanolu jako surowca i jako rozpuszczalnika jest szczególnie istotne, ze względów ekonomicznych.

Przedmiot wynalazku objaśniono poniższymi przykładami wykonania.

Przykład 1

Proces utleniania 2-etyloheksanal prowadzi się w reaktorze ciśnieniowym o pojemności 600 ml, wykonanym ze stali Hastelloy C-276. Do reaktora wprowadza się 31,31 ml 2-etyloheksanal, 200 ml izobutanolu, 5% mol. *N*-hydroksyftalimidu w przeliczeniu na surowiec. Zawartość reaktora ogrzewa się do temperatury 30°C i wprowadza do reaktora 0,5 MPa powietrza. Proces utleniania prowadzi się w czasie 3 h, przy 1200 obr./min, z przepływem powietrza wynoszącym 50 l/h. Mieszaninę poreakcyjną chłodzi się do temperatury pokojowej i powoli rozpręża reaktor. Otrzymano kwas 2-etyloheksyloвого z 96,7% selektywnością. Stopień przereagowania 2-etyloheksanal wyniósł 98,3%.

Przykład 2

Proces utleniania 2-etyloheksanal prowadzi się w reaktorze ciśnieniowym o pojemności 600 ml, wykonanym ze stali Hastelloy C-276. Do reaktora wprowadza się 31,31 ml 2-etyloheksanal, 200 ml izobutanolu, 5% mol. *N*-hydroksyftalimidu w przeliczeniu na surowiec. Zawartość reaktora ogrzewa się do temperatury 30°C i wprowadza do reaktora 0,5 MPa powietrza. Proces utleniania prowadzi się w czasie 2 h, przy 1200 obr./min, z przepływem powietrza wynoszącym 50 l/h. Mieszaninę poreakcyjną chłodzi się do temperatury pokojowej i powoli rozpręża reaktor. Otrzymano kwas 2-etyloheksyloвого z 99,0% selektywnością. Stopień przereagowania 2-etyloheksanal wyniósł 97,2%.

Przykład 3

Proces utleniania 2-etyloheksanal prowadzi się w reaktorze ciśnieniowym o pojemności 600 ml, wykonanym ze stali Hastelloy C-276. Do reaktora wprowadza się 31,31 ml 2-etyloheksanal, 200 ml izobutanolu, 5% mol. *N*-hydroksyftalimidu w przeliczeniu na surowiec. Zawartość reaktora ogrzewa się do temperatury 30°C i wprowadza do reaktora 0,5 MPa powietrza. Proces utleniania prowadzi się w czasie 1 h, przy 1200 obr./min, z przepływem powietrza wynoszącym 50 l/h. Mieszaninę poreakcyjną chłodzi

się do temperatury pokojowej i powoli rozpręża reaktor. Otrzymano kwas 2-etyloheksylowy z 94,0% selektywnością. Stopień przereagowania 2-etyloheksanalumu wyniósł 94,5%.

Przykład 4

Proces utleniania 2-etyloheksanalumu prowadzi się w reaktorze ciśnieniowym o pojemności 600 ml, wykonanym ze stali Hastelloy C-276. Do reaktora wprowadza się 31,31 ml 2-etyloheksanalumu, 200 ml izobutanolu, 1% mol. *N*-hydroksyftalimidu w przeliczeniu na surowiec. Zawartość reaktora ogrzewa się do temperatury 30°C i wprowadza do reaktora 0,5 MPa powietrza. Proces utleniania prowadzi się w czasie 1 h, przy 1200 obr./min, z przepływem powietrza wynoszącym 50 l/h. Mieszaninę poreakcyjną chłodzi się do temperatury pokojowej i powoli rozpręża reaktor. Otrzymano kwas 2-etyloheksylowy z 89,6% selektywnością. Stopień przereagowania 2-etyloheksanalumu wyniósł 51,1%.

Przykład 5

Proces utleniania 2-etyloheksanalumu prowadzi się w reaktorze ciśnieniowym o pojemności 600 ml, wykonanym ze stali Hastelloy C-276. Do reaktora wprowadza się 31,31 ml 2-etyloheksanalumu, 200 ml izobutanolu, 1,75% mol. *N*-hydroksyftalimidu w przeliczeniu na surowiec. Zawartość reaktora ogrzewa się do temperatury 30°C i wprowadza do reaktora 0,5 MPa powietrza. Proces utleniania prowadzi się w czasie 1 h, przy 1200 obr./min, z przepływem powietrza wynoszącym 50 l/h. Mieszaninę poreakcyjną chłodzi się do temperatury pokojowej i powoli rozpręża reaktor. Otrzymano kwas 2-etyloheksylowy z 89,4% selektywnością. Stopień przereagowania 2-etyloheksanalumu wyniósł 60,9%.

Przykład 6

Proces utleniania 2-etyloheksanalumu prowadzi się w reaktorze ciśnieniowym o pojemności 600 ml, wykonanym ze stali Hastelloy C-276. Do reaktora wprowadza się 31,31 ml 2-etyloheksanalumu, 200 ml izobutanolu, 2,5% mol. *N*-hydroksyftalimidu w przeliczeniu na surowiec. Zawartość reaktora ogrzewa się do temperatury 30°C i wprowadza do reaktora 0,5 MPa powietrza. Proces utleniania prowadzi się w czasie 1 h, przy 1200 obr./min, z przepływem powietrza wynoszącym 50 l/h. Mieszaninę poreakcyjną chłodzi się do temperatury pokojowej i powoli rozpręża reaktor. Otrzymano kwas 2-etyloheksylowy z 87,8% selektywnością. Stopień przereagowania 2-etyloheksanalumu wyniósł 63,0%.

Przykład 7

Proces utleniania 2-etyloheksanalumu prowadzi się w reaktorze ciśnieniowym o pojemności 600 ml, wykonanym ze stali Hastelloy C-276. Do reaktora wprowadza się 31,31 ml 2-etyloheksanalumu, 200 ml izobutanolu, 5% mol. *N*-hydroksyftalimidu w przeliczeniu na surowiec. Zawartość reaktora ogrzewa się do temperatury 30°C i wprowadza do reaktora 0,5 MPa powietrza. Proces utleniania prowadzi się w czasie 3 h, przy 1200 obr./min, z przepływem powietrza wynoszącym 10 l/h. Mieszaninę poreakcyjną chłodzi się do temperatury pokojowej i powoli rozpręża reaktor. Otrzymano kwas 2-etyloheksylowy z 86,2% selektywnością. Stopień przereagowania 2-etyloheksanalumu wyniósł 98,0%.

Przykład 8

Proces utleniania 2-etyloheksanalumu prowadzi się w reaktorze ciśnieniowym o pojemności 600 ml, wykonanym ze stali Hastelloy C-276. Do reaktora wprowadza się 31,31 ml 2-etyloheksanalumu, 200 ml izobutanolu, 5% mol. *N*-hydroksyftalimidu w przeliczeniu na surowiec. Zawartość reaktora ogrzewa się do temperatury 30°C i wprowadza do reaktora 0,5 MPa powietrza. Proces utleniania prowadzi się w czasie 3 h, przy 1200 obr./min, z przepływem powietrza wynoszącym 30 l/h. Mieszaninę poreakcyjną chłodzi się do temperatury pokojowej i powoli rozpręża reaktor. Otrzymano kwas 2-etyloheksylowy z 93,7% selektywnością. Stopień przereagowania 2-etyloheksanalumu wyniósł 98,9%.

Przykład 9

Proces utleniania 2-etyloheksanalumu prowadzi się w reaktorze ciśnieniowym o pojemności 600 ml, wykonanym ze stali Hastelloy C-276. Do reaktora wprowadza się 31,31 ml 2-etyloheksanalumu, 200 ml izobutanolu, 5% mol. *N*-hydroksyftalimidu w przeliczeniu na surowiec. Zawartość reaktora ogrzewa się do temperatury 30°C i wprowadza do reaktora 0,5 MPa powietrza. Proces utleniania prowadzi się w czasie 3 h, przy 1200 obr./min, z przepływem powietrza wynoszącym 80 l/h. Mieszaninę poreakcyjną chłodzi się do temperatury pokojowej i powoli rozpręża reaktor. Otrzymano kwas 2-etyloheksylowy z 78,2% selektywnością. Stopień przereagowania 2-etyloheksanalumu wyniósł 97,5%.

Przykład 10

Proces utleniania 2-etyloheksanal u prowadzi się w reaktorze ciśnieniowym o pojemności 600 ml, wykonanym ze stali Hastelloy C-276. Do reaktora wprowadza się 31,31 ml 2-etyloheksanal u, 200 ml izobutanolu, 5% mol. *N*-hydroksyftalimidu w przeliczeniu na surowiec. Zawartość reaktora ogrzewa się do temperatury 20°C i wprowadza do reaktora 0,5 MPa powietrza. Proces utleniania prowadzi się w czasie 2 h, przy 1200 obr./min, z przepływem powietrza wynoszącym 50 l/h. Mieszaninę poreakcyjną chłodzi się do temperatury pokojowej i powoli rozpręża reaktor. Otrzymano kwas 2-etyloheksylowy z 89,5% selektywnością. Stopień przereagowania 2-etyloheksanal u wyniósł 72,3%.

Przykład 11

Proces utleniania 2-etyloheksanal u prowadzi się w reaktorze ciśnieniowym o pojemności 600 ml, wykonanym ze stali Hastelloy C-276. Do reaktora wprowadza się 31,31 ml 2-etyloheksanal u, 200 ml izobutanolu, 5% mol. *N*-hydroksyftalimidu w przeliczeniu na surowiec. Zawartość reaktora ogrzewa się do temperatury 40°C i wprowadza do reaktora 0,5 MPa powietrza. Proces utleniania prowadzi się w czasie 2 h, przy 1200 obr./min, z przepływem powietrza wynoszącym 50 l/h. Mieszaninę poreakcyjną chłodzi się do temperatury pokojowej i powoli rozpręża reaktor. Otrzymano kwas 2-etyloheksylowy z 90,3% selektywnością. Stopień przereagowania 2-etyloheksanal u wyniósł 98,9%.

Przykład 12

Proces utleniania 2-etyloheksanal u prowadzi się w reaktorze ciśnieniowym o pojemności 600 ml, wykonanym ze stali Hastelloy C-276. Do reaktora wprowadza się 31,31 ml 2-etyloheksanal u, 200 ml izobutanolu, 5% mol. *N*-hydroksyftalimidu w przeliczeniu na surowiec. Zawartość reaktora ogrzewa się do temperatury 60°C i wprowadza do reaktora 0,5 MPa powietrza. Proces utleniania prowadzi się w czasie 2 h, przy 1200 obr./min, z przepływem powietrza wynoszącym 50 l/h. Mieszaninę poreakcyjną chłodzi się do temperatury pokojowej i powoli rozpręża reaktor. Otrzymano kwas 2-etyloheksylowy z 86,4% selektywnością. Stopień przereagowania 2-etyloheksanal u wyniósł 99,7%.

Przykład 13

Proces utleniania 2-etyloheksanal u prowadzi się w reaktorze ciśnieniowym o pojemności 600 ml, wykonanym ze stali Hastelloy C-276. Do reaktora wprowadza się 31,31 ml 2-etyloheksanal u, 200 ml izobutanolu, 5% mol. *N*-hydroksyftalimidu w przeliczeniu na surowiec. Zawartość reaktora ogrzewa się do temperatury 30°C i wprowadza do reaktora 0,1 MPa powietrza. Proces utleniania prowadzi się w czasie 1 h, przy 1200 obr./min, z przepływem powietrza wynoszącym 50 l/h. Mieszaninę poreakcyjną chłodzi się do temperatury pokojowej i powoli rozpręża reaktor. Otrzymano kwas 2-etyloheksylowy z 89,1% selektywnością. Stopień przereagowania 2-etyloheksanal u wyniósł 82,7%.

Przykład 14

Proces utleniania 2-etyloheksanal u prowadzi się w reaktorze ciśnieniowym o pojemności 600 ml, wykonanym ze stali Hastelloy C-276. Do reaktora wprowadza się 31,31 ml 2-etyloheksanal u, 200 ml izobutanolu, 5% mol. *N*-hydroksyftalimidu w przeliczeniu na surowiec. Zawartość reaktora ogrzewa się do temperatury 30°C i wprowadza do reaktora 0,25 MPa powietrza. Proces utleniania prowadzi się w czasie 1 h, przy 1200 obr./min, z przepływem powietrza wynoszącym 50 l/h. Mieszaninę poreakcyjną chłodzi się do temperatury pokojowej i powoli rozpręża reaktor. Otrzymano kwas 2-etyloheksylowy z 89,5% selektywnością. Stopień przereagowania 2-etyloheksanal u wyniósł 79,6%.

Przykład 15

Proces utleniania 2-etyloheksanal u prowadzi się w reaktorze ciśnieniowym o pojemności 600 ml, wykonanym ze stali Hastelloy C-276. Do reaktora wprowadza się 31,31 ml 2-etyloheksanal u, 200 ml izobutanolu, 5% mol. *N*-hydroksyftalimidu w przeliczeniu na surowiec. Zawartość reaktora ogrzewa się do temperatury 30°C i wprowadza do reaktora 3,0 MPa powietrza. Proces utleniania prowadzi się w czasie 1 h, przy 1200 obr./min, z przepływem powietrza wynoszącym 50 l/h. Mieszaninę poreakcyjną chłodzi się do temperatury pokojowej i powoli rozpręża reaktor. Otrzymano kwas 2-etyloheksylowy z 90,8% selektywnością. Stopień przereagowania 2-etyloheksanal u wyniósł 91,1%.

Przykład 16

Proces utleniania 2-etyloheksanal u prowadzi się w reaktorze szklanym o pojemności 25 ml, zaopatrzonym w chłodnicę zwrotną. Do reaktora wprowadza się 0,313 ml 2-etyloheksanal u, 8 ml izobutanolu, 5% mol. *N*-hydroksyftalimidu w przeliczeniu na surowiec. Zawartość reaktora ogrzewa się do temperatury 30°C za pomocą termostatowanego miesza dła magnetycznego. Tlen do układu podaje się w sposób

ciągły przez chłodnicę zwrotną. Proces utleniania prowadzi się w czasie 3 h, przy 800 obr./min. Mieszanie poreakcyjną chłodzi się do temperatury pokojowej i powoli rozpręża reaktor. Otrzymano kwas 2-etyloheksyloy z 92,6% selektywnością. Stopień przereagowania 2-etyloheksalanu wyniósł 47,8%.

Przykład 17

Proces utleniania 2-etyloheksalanu prowadzi się w reaktorze szklanym o pojemności 10 ml, zaopatrzonym w chłodnicę zwrotną. Do reaktora wprowadza się 0,313 ml 2-etyloheksalanu, 2 ml izobutanolu, 5% mol. *N*-hydroksyftalimidu w przeliczeniu na surowiec. Zawartość reaktora ogrzewa się do temperatury 30°C za pomocą termostatowanego mieszadła magnetycznego. Tlen do układu podaje się w sposób ciągły przez chłodnicę zwrotną. Proces utleniania prowadzi się w czasie 3 h, przy 800 obr./min. Mieszanie poreakcyjną chłodzi się do temperatury pokojowej i powoli rozpręża reaktor. Otrzymano kwas 2-etyloheksyloy z 99,4% selektywnością. Stopień przereagowania 2-etyloheksalanu wyniósł 59,0%.

Przykład 18

Proces utleniania 2-etyloheksalanu prowadzi się w reaktorze szklanym o pojemności 10 ml, zaopatrzonym w chłodnicę zwrotną. Do reaktora wprowadza się 0,313 ml 2-etyloheksalanu, 2 ml izobutanolu, 10% mol. *N*-hydroksyftalimidu w przeliczeniu na surowiec. Zawartość reaktora ogrzewa się do temperatury 10°C za pomocą termostatowanego mieszadła magnetycznego. Tlen do układu podaje się w sposób ciągły przez chłodnicę zwrotną. Proces utleniania prowadzi się w czasie 6 h, przy 800 obr./min. Mieszanie poreakcyjną chłodzi się do temperatury pokojowej i powoli rozpręża reaktor. Otrzymano kwas 2-etyloheksyloy z 99,2% selektywnością. Stopień przereagowania 2-etyloheksalanu wyniósł 58,0%.

Przykład 19

Proces utleniania 2-etyloheksalanu prowadzi się w reaktorze szklanym o pojemności 10 ml, zaopatrzonym w chłodnicę zwrotną. Do reaktora wprowadza się 0,313 ml 2-etyloheksalanu, 2 ml izobutanolu, 0,5% mol. *N*-hydroksyftalimidu w przeliczeniu na surowiec. Zawartość reaktora ogrzewa się do temperatury 80°C za pomocą termostatowanego mieszadła magnetycznego. Tlen do układu podaje się w sposób ciągły przez chłodnicę zwrotną. Proces utleniania prowadzi się w czasie 10 min, przy 800 obr./min. Mieszanie poreakcyjną chłodzi się do temperatury pokojowej i powoli rozpręża reaktor. Otrzymano kwas 2-etyloheksyloy z 68,2% selektywnością. Stopień przereagowania 2-etyloheksalanu wyniósł 8,4%.

Przykład 20

Proces utleniania 2-etyloheksalanu prowadzi się w reaktorze szklanym o pojemności 10 ml, zaopatrzonym w chłodnicę zwrotną. Do reaktora wprowadza się 0,6 ml 2-etyloheksalanu, 0,6 ml izobutanolu, 0,5% mol. *N*-hydroksyftalimidu w przeliczeniu na surowiec. Zawartość reaktora ogrzewa się do temperatury 30°C za pomocą termostatowanego mieszadła magnetycznego. Tlen do układu podaje się w sposób ciągły przez chłodnicę zwrotną. Proces utleniania prowadzi się w czasie 3 h, przy 800 obr./min. Mieszanie poreakcyjną chłodzi się do temperatury pokojowej i powoli rozpręża reaktor. Otrzymano kwas 2-etyloheksyloy z 80,1% selektywnością. Stopień przereagowania 2-etyloheksalanu wyniósł 40,4%.

Przykład 21

Proces utleniania 2-etyloheksalanu prowadzi się w reaktorze szklanym o pojemności 10 ml, zaopatrzonym w chłodnicę zwrotną. Do reaktora wprowadza się 0,313 ml 2-etyloheksalanu, 2 ml tertbutanolu, 5% mol. *N*-hydroksyftalimidu w przeliczeniu na surowiec. Zawartość reaktora ogrzewa się do temperatury 30°C za pomocą termostatowanego mieszadła magnetycznego. Tlen do układu podaje się w sposób ciągły przez chłodnicę zwrotną. Proces utleniania prowadzi się w czasie 3 h, przy 800 obr./min. Mieszanie poreakcyjną chłodzi się do temperatury pokojowej i powoli rozpręża reaktor. Otrzymano kwas 2-etyloheksyloy z 70,6% selektywnością. Stopień przereagowania 2-etyloheksalanu wyniósł 30,4%.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób utleniania 2-etyloheksalanu **znamienny tym**, że 2-etyloheksanal utlenia się gazami zawierającymi tlen w obecności od 0,5% do 10% molowych *N*-hydroksyftalimidu, korzystnie 5% mol., w stosunku do 2-etyloheksalanu, w izobutanolu jako rozpuszczalniku, w stosunku objętościowym 2-etyloheksalanu do izobutanolu mieszczącym się w przedziale od 1:32 do 1:1, korzystnie 1:6,4, utlenianie prowadzi się w czasie od 10 minut do 6 h, korzystnie 3 h,

- przy od 800 obr./min do 1200 obr./min z przepływem czynnika utleniającego, w temperaturze od 10°C do 80°C, korzystnie 30°C, pod ciśnieniem od 0,1 MPa do 3,0 MPa, korzystnie 0,5 MPa.
2. Sposób utleniania 2-etyloheksanalę według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako czynnik utleniający stosuje się powietrze, powietrze wzbogacone w tlen lub w inny gaz zawierający tlen.
 3. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że utlenianie prowadzi się w alifatycznych rozgałęzionych alkoholach o liczbie atomów węgla od 3 do 30, takich jak izopropanol, izobutanol, tert-butanol.