



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **98-01517**

(22) Data de depozit: **28.10.1998**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **28.02.2005** BOPI nr. 2/2005

(30) Prioritate:
29.11.1997 DE 197 53 157.1

(73) Titular:
• **CELANESE GMBH, LURGIALLEE 14,
FRANKFURT AM MAIN, DE**

(72) Inventatori:
• **SPRINGER HELMUT,
HOLTENERSTRASSE 50 D-46539,
DINSLAKEN, DE**

(74) Mandatar:
**ROMINVENT S.A. STR. ERMIL
PANGRATTI NR. 35, SECTOR 1,
BUCUREȘTI**

(56) Documente din stadiul tehnicii:
US 3398166; 3291821; GB 446026.

(54) **PROCEDEU DE OBȚINERE A ALCOOLILOR SATURAȚI**

(57) Rezumat:

Prezenta invenție se referă la un procedeu de obținere a alcoolilor saturați, prin reacția de aldolcondensare a alchilmetilcetonelor ramificate la atomul de carbon β , având 6 până la 8 atomi de carbon, cu aldehide ramificate la atomul de carbon α , având 4 până la 15 atomi de carbon, rezultând cetone α , β -nesaturate, care sunt

în continuare hidrogenate, pentru a obține alcoolii saturați, care constă în aceea că reacția de aldolcondensare este efectuată în prezența unei soluții apoase a unui hidroxid de metal alcalin, cu o concentrație de 30...55%, de preferință 40...50%, la o temperatură de 60...130°C, de preferință 80...120°C.

Revendicări: 5



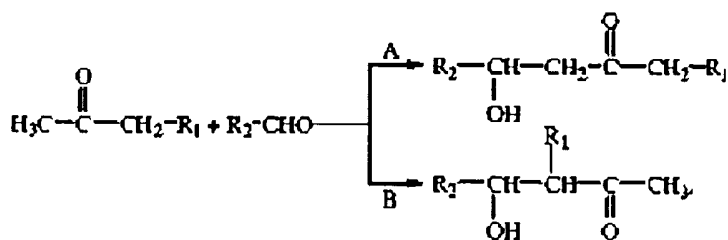
Prezenta invenție se referă la un procedeu de obținere a alcoolilor saturați, utilizați în industria chimică.

Aldoladiția reprezintă adiția catalizată de către baze sau acizi a grupărilor activate de metilen la grupările carbonil ale aldehydelor sau cetonelor, cu formarea de compuși β -hidroxi-carbonilici. După un anumit timp de reacție, se stabilește un echilibru între compuși β -hidroxi-carbonil și materiile prime nereacționate. Dacă reacția de aldoladiție este urmată de eliminare de apă, care are loc ușor, și reprezintă o regulă atunci când se utilizează catalizatori acizi, atunci reacția în totalitate este cunoscută ca o aldolcondensare. Produșii de aldolcondensare sunt compuși carbonil α,β -nesaturați.

În cazul reacției de aldoladiție dintre aldehyde și cetone, cetonele funcționează întotdeauna drept componente metilenice, datorită activității lor carbonilice mai reduse. Condensarea grupării cetonice cu gruparea α -metilen a unei aldehyde este posibilă numai în puține cazuri, prin trepte intermediare speciale. Astfel, se obțin, în mod obișnuit, mai întâi β -hidroxi-cetone, ale căror grupări cetonice provin din cetona utilizată. Apoi, prin eliminarea apei din β -hidroxi-cetone, se formează cetonele α,β -nesaturate corespunzătoare.

În reacția dintre aldehyde și cetone, se obține numai o singură cetonă α,β -nesaturată ca produs de reacție, dacă se folosesc aldehyde alifatiche, saturate fără un atom de hidrogen în poziția α . În acest caz, autocondensarea cetonei are loc numai într-o proporție redusă. Dimpotrivă, în cazul utilizării de aldehyde cu un atom de hidrogen în poziția α trebuie însă să ia în considerație și autocondensarea aldehydei ca reacție secundară nedorită.

În vreme ce utilizarea cetonele simetrice conduce întotdeauna numai la formarea unei β -hidroxi-cetone în adiția aldolică, utilizarea de cetone nesimetrice, la care atomii de hidrogen din poziția α sunt echivalenți, face posibilă formarea a două β -hidroxi-cetone diferite din punct de vedere structural, conform schemei I ce urmează, în care R_1 nu reprezintă hidrogen:



Se pot stabili reguli cu privire la desfășurarea unor astfel de aldolcondensări cu cetone nesimetrice. Astfel, se pot deosebi, mai întâi, aldolcondensările catalizate alcalin și cele catalizate acid. Atât aciditatea CH , cât și factorii sterici determină desfășurarea, în bune condiții, a reacției.

În condensarea catalizată alcalin a aldehydelor neramificate și a cetonelor α -ramificate abstragerea protonului are loc la atomul C α al cetonei, care poartă cei mai mulți substituenți (cazul A). Dimpotrivă, atunci când se utilizează aldehyde ramificate la atomul de C α are loc abstragerea protonului, de preferință, din atomul α al cetonei, care poartă cei mai puțini substituenți (cazul B). Astfel, în cazul A, se formează prin aldol-adiție o β -hidroxi-cetonă, conform ecuației IA, în timp ce, în cazul B, este de așteptat o desfășurare a reacției conform ecuației IB.

Excepții de la regula de mai sus rezultă atunci când cetona este ramificată în poziția β .

Ca urmare a efectului steric, ce apare, în mod suplimentar, condensarea are loc, în acest caz, independent de structura aldehydei, întotdeauna conform ecuației IA.

Spre deosebire de cataliza alcalină, la utilizarea de catalizatori acizi, reacția de aldolcondensare, în fiecare caz, adică independent de felul ramificării aldehydelor și cetonelor, are loc conform ecuației IB.

Reacții secundare, nedorite, ale eductelor de cetone și aldehide, care concură cu aldolizarea, pot fi, de exemplu, reacția Cannizzaro, precum și reacția Claisen-Tischtschenko. În mod obișnuit, numai aldehidele aromatice și nealdolizabile alifactice, adică aldehidele fără atom de hidrogen în poziția α , sunt supuse reacției Cannizzaro și sunt disociate în prezența alcaliilor puternice cu formarea de cantități echimolare de alcool și acid carboxilic. Dimpotrivă, în cazul aldehidelor aldolizabile are loc, de regulă, în mod exclusiv, adiția de aldol și condensarea, deoarece viteza lor este mai ridicată decât cea a reacției Cannizzaro. Cu toate acestea, în condiții de reacție, speciale, aldehide aldolizabile, având o anumită structură cu un atom de hidrogen în poziția α pot, de asemenea, să fie supuse reacției Cannizzaro.

Astfel, din **US 3 398 166** se cunoaște faptul că aldehide C_4 - C_{16} cu numai un atom de hidrogen în poziția α se disociază în prezența unei soluții apoase 30...50% a unui hidroxid de metal alcalin sau alcalino-pământos, la 40...250°C, în alcoolul corespunzător și acidul carboxilic corespunzător. În cazul 2-etilhexanalului, se formează în prezența unei leșii de hidroxid de sodiu 50 %, față de 100 % aldehydă, 48,5 % 2-etilhexanol și 49 % etilhexanoat de sodiu.

Reacția Claisen-Tischtschenko apare ca o reacție secundară suplimentară la aldolcondensare, dacă se utilizează drept catalizator alcoolați de aluminiu, care sunt prea slab bazici, pentru a cataliza o reacție aldolică. În acest caz și aldehide alifactice aldolizabile sunt transformate în alcoxidul și esterul acidului carboxilic corespunzător printr-o reacție similară unei reacții Cannizzaro.

Se cunosc și alte reacții secundare sub forma reacțiilor ulterioare ale produselor reacției de aldolizare. În acest caz, este vorba, de exemplu, despre reacția cetonei α,β -nesaturate prezente după condensarea aldolică cu alte molecule de aldehydă formând compuși cu grad de condensare mai ridicat. În **US 3 291 821** se prezintă faptul că din aldehide C_4 - C_{10} cu numai un atom de hidrogen în poziția α , se formează deja în prezența unei soluții apoase de numai 5...20% dintr-o bază anorganică puternică la 50...125°C prin trimerizare, monoesteri glicolici.

Există puține informații cu privire la aldolcondensarea cetoneilor ramificate la atomul C β și la aldehidele ramificate la atomul de C α . Se cunoaște din **GB 446 026** condensarea aldolică a metilizobutilcetonei cu aldehide alifactice cu cel puțin 8 atomi de carbon cu formarea de cetone α,β -nesaturate. Este descrisă, mai ales, condensarea aldolică a metilizobutilcetonei cu 2-etilhexanal la o temperatură de mai puțin de 25°C în prezența unei soluții de catalizator sub formă de leșie de hidroxid de potasiu metanolică. În locul metanolului, ca solvent pentru catalizator, se pot folosi și alte substanțe, inerte față de reactanți, dar în același timp volatile, de exemplu, etanol. Utilizarea descrisă de hidroxizi de metale alcaline, drept catalizator, are în acest caz, dezavantajul că din cauza prezenței metanolului, trece o cantitate mai mare a metalului alcalin în faza de produs organic, formată în reacție. Această fază de produs trebuie apoi să fie prelucrată pentru îndepărtarea metalului alcalin, în mod corespunzător, de exemplu, prin spălare cu multă apă, ceea ce, la rândul său, duce la ape uzate cu conținut de alcalii.

Problema pe care o rezolvă invenția este găsirea condițiilor optime de lucru, pentru obținerea de alcooli saturați.

Conform invenției, procedeul de obținere a alcoolilor saturați prin reacția de aldolcondensare a achilmetilcetoneilor ramificate la atomul de carbon *beta*, având 6 până la 8 atomi de carbon, cu aldehide ramificate la atomul de carbon *alfa*, având 4 până la 15 atomi de carbon, rezultând cetone α,β -nesaturate, care sunt, în continuare, hidrogenate pentru a obține alcoolii saturați, constă în aceea că reacția de aldolcondensare este efectuată în prezența unei soluții apoase a unui hidroxid de metal alcalin, cu o concentrație de 30...55%, de preferință, 40...50%, la o temperatură de 60...130°C, de preferință 80...120°C.

1 Apa rezultată în urma reacției de adolcondensare este separată din amestecul de
 reacție, în mod continuu, în timpul reacției. Se folosesc, drept aldehydă ramificată la atomul de
 3 carbon α , metilizobutilcetona sau alte aldehyde ramificate la atomul de carbon α , având 5 până
 la 12 atomi de carbon, de preferință 2-etilhexanal. Raportul molar dintre cetona ramificată la
 5 atomul de carbon β , aldehyda ramificată la atomul de carbon α și hidroxidul de metal alcalin pre-
 zent în soluție apoasă este de $(0,9...1,1)/1/(0,15...1)$, de preferință, $(0,95...1)/1/(0,35...0,75)$.

7 Procedul conform invenției prezintă următoarele avantaje:

- selectivitate ridicată;

9 - reacțiile secundare ale eductelor de cetona și aldehydă, de exemplu, sub forma reacției
 Cannizzaro sau Claisen-Tischetschenko apar numai în proporție foarte mică; astfel, de exem-
 11 plu, alcoolul format în urma reacției Cannizzaro din aldehydă, precum și acidul carboxilic cores-
 punzător se găsesc numai în cantități minime de 0,1...0,6 % în amestecul de reacție.

13 Acesta este un rezultat surprinzător, deoarece condițiile de reacție alese pentru aldol-
 condensare, adică temperatura de reacție și concentrația ridicată a soluției apoase de hidroxizi
 15 de metale alcaline, folosite drept catalizator, ar trebui să favorizeze aceste reacții secundare
 în sensul descrierilor din **US 3 398 166**, precum și din **US 3 291 821**, în mare măsură.

17 În procedul conform invenției, în reacția de aldolcondensare, se realizează un echilibru
 între cetonele α,β -nesaturate și compușii inițiali nereacționați. De exemplu, dacă se utilizează
 19 0,5 mol dintr-o leșie de hidroxid de sodiu apoasă 40 %, față de 1,05 mol de metilizobutilcetonei
 și 1,0 mol 2-etilhexanol, atunci proporția cetonei α,β -nesaturate la echilibru, după un timp de
 21 reacție de 3 h, este de aproximativ 80 %.

Timpul de reacție, care este necesar, în principiu, pentru instalarea echilibrului dintre
 23 cetonele α,β -nesaturate și compușii inițiali nereacționați, depinde de condițiile de reacție alese.
 În mod particular, procedul conform invenției poate fi utilizat astfel, încât apa formată la aldol-
 25 condensare rezultată prin eliminarea apei din compusul β -hidroxi-carbonilic, este fie separată
 în timpul reacției, în mod continuu, fie nu este separată. Dacă apa este îndepărtată, de exem-
 27 plu, cu ajutorul unui separator de apă, atunci timpul de reacție, necesar pentru instalarea echili-
 brului, este de aproximativ 60 min, atunci când se folosește soluție apoasă 40 % hidroxid de
 29 metal alcalin. Atunci când apa nu este îndepărtată, dar în condiții identice, instalarea echilibrului
 are loc abia după 180...240 min, deoarece, prin apa formată, concentrația soluției de hidroxid
 31 de metal alcalin folosită se reduce treptat.

Astfel, de exemplu, concentrația unei soluții de leșii de hidroxid de sodiu 50 %, din care
 33 se folosesc 0,5 mol, scade la 30 %, scade la 34 %, în timp ce 1 mol de aldehydă este cantitativ
 convertită. Atunci când se folosește leșie de hidroxid de sodiu 40 %, se observă, în condiții ana-
 35 loage, o scădere a concentrației, de până la 29 %.

De aceea, se preferă realizarea procedurii conform invenției, prin îndepărtarea apei
 37 de reacție, la care astfel, concentrația folosită inițial de soluție de hidroxid de metal alcalin se
 menține constantă pe parcursul întregii reacții.

39 Această variantă de procedeu are, în plus, avantajul că faza apoasă care conține catali-
 zatorul poate fi recirculată de mai multe ori la terminarea reacției, adică la atingerea stării de
 41 echilibru, după separarea fazei organice de produs, fără altă tratare.

În procedul conform invenției, se folosesc alchilmetilcetone ramificate la atomul de C
 43 β cu 6-8 atomi de carbon, de preferință, metilizobutilcetona, precum și aldehyde ramificate la
 atomul de C α cu 4-15, de preferință 5-12 atomi de carbon, mai ales 2-etilhexanal.

45 Cetona ramificată la atomul de C β , aldehyda ramificată la atomul de C α și hidroxidul
 de metal alcalin, prezent în soluție apoasă, este de $(0,9...1,1)/1/(0,15...1)$, de preferință
 47 $(0,95...1)/1/(0,35...0,75)$. Excese mai mari de cetona nu conduc la îmbunătățiri ale selectivității
 și cantități mai ridicate de aldehydă nu conduc la avantaje ale invenției.

Procedeul conform invenției poate fi realizat, continuu sau discontinuu, preferându-se modul de lucru continuu. 1

Hidrogenarea este realizată, în mod obișnuit, în fază heterogenă pe nichel-Raney sau pe catalizator cu metal pe suport, de preferință, pe catalizatori de nichel, la temperaturi de 80...180°C, de preferință, la 100...140°C și presiuni de 1...30 MPa, de preferință 8...12 MPa. Hidrogenările în aceste condiții sunt, în general, cunoscute și sunt descrise, de exemplu, în *Metodicum Chemicum*, vol 5, Edited by J. Falbe, 1975, pag 47 f. 3 5 7

Procedeul conform invenției se pretează mai ales pentru obținerea de 7-etil-2-metil-4-undecanol (tetradecanol) prin aldolcondensarea de metilizobutilcetonă și 2-etilhexanal în prezența unei leșii de hidroxid de sodiu 40...50% la 90...110°C cu formarea de 7-etil-2-metil-undec-5-en-4-onă cu hidrogenare ulterioară pentru formarea alcoolului menționat mai înainte. Drept catalizator de hidrogenare, se utilizează în acest caz, mai ales, catalizator de nichel pe suport de kieselguhr. 9 11 13

În funcție de condițiile alese pentru aldolcondensare și de raportul de asociere al ceto-nei α,β -nesaturate în amestecul reacției de aldolcondensare, amestecul de reacție conține până la 85% 7-etil-2-metil-4-undecanol. 15

Se dau, în continuare, mai multe exemple de realizare a procedurii conform invenției. 17

Exemplul 1. Obținerea de 7-etil-2-metil-4-undecanolului. Într-un vas cu fund rotund de 4 l, în condiții de amestecare, se picură din recipienti separați în decursul a 100 min 400 g leșie de hidroxid de sodiu 50% precum și un amestec constituit din 1062,0 g (10,6 mol) metilizobutilcetonă și 1294 g (10,1 mol) de 2-etilhexanal. Amestecul este încălzit la 100°C, după care este agitat timp de 60 min. După terminarea reacției, se lasă să se răcească. Conform analizei gaz-cromatografice faza organică (2215 g) se compune din: 19 21 23

8,2% metilizobutilcetonă,
4,2% 2-etilhexanal,
0,2% 2-etilhexanol,
78,9% 7-etil-2-metilundec-5-en-4-onă și
8,7% alți compuși. 25 27

Față de 2-etilhexanalul folosit, randamentul în 7-etil-2-metilunde-5-en-4-onă este de 82,3% din cel teoretic. 29

Produsul poate fi folosit fără alte operații de purificare, în mod direct în procesul de hidrogenare. Hidrogenarea se efectuează în prezența unui catalizator de Ni CelActiv Ni 52/35®. Acest catalizator de Ni CelActiv Ni 52/35® este un produs comercializat de firma Celanese GmbH. Produsul de hidrogenare prezintă următoarea compoziție: 31 33

8,4 % 2-metil-4-pentanol,
4,0 % 2-etilhexanol,
0,2 % 2-etilhexanol
78,9 % 7-etil-2-metilundec-5-en-4-onă și
9,3 % alți compuși. 35 37 39

Obținerea în stare pură a 7-etil-2-metil-4-undecanolului este realizată prin distilare finală la 132°C și la o presiune de 10 mbar. 41

Exemplul 2. Obținerea 7-n-propil-2-metil-4-dodecanolului. Într-un vas cu fund rotund de 1 l, în condiții de amestecare, se picură din recipienti separați, în decursul a 90 min, 62,5 g leșie de hidroxid de sodiu 40% precum și un amestec constituit din 265,6 g (2,65 mol) metilizobutilcetonă și 390 g (2,5 mol) de 2-n-propilheptanal. Amestecul este încălzit la 108...110°C, după care este agitat timp de 4 h. După terminarea reacției, se lasă să se răcească. Conform analizei gaz-cromatografice faza organică (621,9 g) se compune din: 43 45 47

11,0% metilizobutilcetonă,
13,1% 2-n-propilheptanal,
0,9% 2-n-propilheptanol, 49

70,1% 7-*n*-propil-2-metil-dodec-5-en-4-onă și
4,9% alți compuși.

Față de 2-propilheptanalul folosit, randamentul în 7-*n*-propil-2-metil-dodec-5-en-4-onă este de 73,3% din cel teoretic.

Produsul este hidrogenat în prezența unui catalizator de Ni CelActiv Ni 52/35® la o temperatură de 120°C și la o presiune de 10 MPa. Obținerea în stare pură a 7-*n*-propil-2-metil-4-dodecanolului este realizată prin distilare finală la 170°C și la o presiune de 50 mbar.

Exemplul 3. Obținerea 2,7-dimetil-4-nonanolului. Într-un vas cu fund rotund de 1 l, în condiții de amestecare, se picură din recipiente separați în decursul a 90 min, 62,5 g leșie de hidroxid de sodiu 40% precum și un amestec constituit din 265,6 g (2,65 mol) metilizobutilcetonă și 215 g (2,5 mol) de 2-metilbutanal. Amestecul este încălzit la 90°C, după care este agitat timp de 4 h. După terminarea reacției, se lasă să se răcească. Conform analizei gaz-cromatografice faza organică (621,9 g) se compune din:

1,0% 2-metilbutanal,
7,6% metilizobutilcetonă,
0,5% 2-metilbutanol,
73,2% 2,7-dimetil-non-5-en-4-onă și
18,2% alți compuși.

Față de 2-metilbutanalul folosit, randamentul în 2,7-dimetilnon-5-en-4-onă este de 76,4% din cel teoretic.

Produsul este hidrogenat în prezența unui catalizator de Ni CelActiv Ni 52/35®, la o temperatură de 120°C și la o presiune de 10 MPa. Obținerea în stare pură a 2,7-dimetil-4-nonanolului este realizată prin distilare finală la 127°C și la o presiune de 50 mbar.

Exemplul 4. Obținerea 2,7-dimetil-4-hexadecanolului. Într-un vas cu fund rotund de 1 l, în condiții de amestecare, se picură din recipiente separați, în decursul a 90 min, 31,3 g leșie de hidroxid de sodiu 40% precum și un amestec constituit din 132,8 g (1,33 mol) metilizobutilcetonă și 230,4 g (1,25 mol) de 2-metilundecanal. Amestecul este încălzit la 112...118°C, după care este agitat timp de 4 h. După terminarea reacției, se lasă să se răcească. Conform analizei gaz-cromatografice faza organică (621,9 g) se compune din:

10,8% 2-metilizobutilcetonă,
8,4% metilundecanal,
0,9% 2-metilundecanol,
77,6% 2,7-dimetil-hexadec-5-en-4-onă și
3,2% alți compuși.

Față de 2-metilundecanalul folosit, randamentul în 2,7-dimetilhexadec-5-en-4-onă este de 78,0% din cel teoretic.

Produsul este hidrogenat, în prezența unui catalizator de Ni CelActiv Ni 52/35®, la o temperatură de 120°C și la o presiune de 10 MPa. Obținerea în stare pură a 2,7-dimetil-4-hexadecanolului este realizată prin distilare finală la 221°C și la o presiune de 50 mbar.

Exemplele 5-17. Aldolcondensarea discontinuă a metilizobutilcetonei și a 2-etilhexanolului pentru obținerea de 7-etil-2-metil-undec-5-en-4-onei (I) fără eliminare de apă.

Aldolcondensările din exemplele 5-17 sunt realizate după cum urmează: într-un balon cu fund rotund de 500 ml se picură în decursul a 10 min un amestec constituit din metilizobutilcetonă și 2-etilhexanal precum și leșia de hidroxid de sodiu. Reacția exotermă, care începe imediat, determină o creștere a temperaturii până la 40...50°C. După terminarea picurării, temperatura de reacție dorită este atinsă prin încălzire suplimentară, în decursul a 10...25 min. Punctul de început pentru determinarea timpului de reacție este momentul în care este atinsă temperatura de reacție dorită, astfel că faza de încălzire nu este luată în considerație.

RO 119715 B1

Concentrația leșiei de hidroxid de sodiu, cantitatea de leșie apoasă de hidroxid de sodiu, față de aldehydă, timpul de reacție, precum și temperatura sunt prezentate în tabelele ce urmează.

Tabelul 1

Influența cantității de catalizator

Exemplul	5	6	7	8
Timpul de reacție (min)	240	240	240	120
Raport molar cetonă/aldehydă/NaOH (1,05/1/X) X	25	375	5	75
Proporția de produs I în produsul brut	649	725	748	738

Se folosește o leșie de hidroxid de sodiu 50 % și o temperatură de reacție de 80°C.

Tabelul 2

Influența concentrației catalizatorului

Exemplul	9	10	11
Timpul de reacție (min)	240	240	240
Concentrația NaOH (%)	30	40	50
Proporția de produs I în produsul brut	681	783	794

Se lucrează cu un raport molar cetonă/aldehydă/NaOH de 1,05/1/0,5 și la o temperatură de 100°C.

Exemplele 18-24. Aldolcondensarea discontinuă a metilizobutilcetonei și a 2-etilhexanalului pentru obținerea de 7-etil-2-metil-undec-5-en-4-onei (I) cu eliminare de apă.

Modul de lucru este, mai întâi, similar celui din exemplele 5-17. După terminarea picurării leșiei apoase de hidroxid de sodiu și a amestecului constituit din metilizobutilcetonă și 2-etilhexanal și după amestecul a fost încălzit până la temperatura de reacție, se micșorează presiunea în instalație până la atingerea punctului de fierbere și pe parcursul suplimentar al reacției se reglează astfel, încât să se mențină temperatura de reacție. Cantitatea de apă care este așteptată în mod teoretic, în fiecare caz, este distilată în mod selectiv într-un separator de apă, astfel încât concentrația leșiei folosită la început să rămână în mare măsură constantă pe parcursul întregii reacții.

Concentrația leșiei de hidroxid de sodiu folosită, timpul de reacție, precum și temperatura de reacție din exemplele 18-23, sunt prezentate în tabelul 4, care urmează. În toate exemplele se lucrează cu un raport molar cetonă/aldehydă/NaOH de 1,05/1/0,5.

Tabelul 4

Influența temperaturii de reacție la utilizarea leșiei de hidroxid de sodiu de concentrații diferite

Exemplul	18	19	20	21	22	23
Concentrația NaOH	30	30	40	40	50	50
Timpul de reacție (min)	135	135	75	75	135	15
Temperatura de reacție (°C)	90	100	90	100	90	100
Proporția de produs I în produsul brut	427	742	730	806	789	791

Aşa cum rezultă din tabelul 4, timpul de reacție pentru instalarea echilibrului se reduce față de încercările fără eliminarea apei de la aproximativ 3 h la o oră.

Din exemplul 24, care urmează, rezultă un alt avantaj al procedurii, conform invenției. Se lucrează la raport molar metilizobutilcetonă/2-etilhexanal/NaOH de 1,05/1/0,5 și cu o leșie de hidroxid de sodiu 40%, la o temperatură de 100°C, la o presiune de 500 mbar și un timp de reacție de 60 min, faza de catalizator fiind folosită din nou de cinci ori. Partea de 7-etil-2-metilundec-3-en-4-onă conținută în amestecul de produs este indicată în tabelul 5.

Rezultă faptul că, o dată cu creșterea numărului recirculărilor fazei de catalizator, la o creștere mică a selectivității, conținutul de 7-etil-2-metilundec-5-en-4-onă de 81,1 % scade numai cu 2,8% la 78,3% (după a IV a reutilizare).

Tabelul 5

Exemplul 24	După prima aldolcondensare	Reutilizare			
		1	2	3	4
Proporția de 7-etil-2-metilundec-5-en-4-onă	8112	8075	7925	7776	7834

Revendicări

1. Procedeu de obținere a alcoolilor saturați prin reacția de aldolcondensare a achilmetilcetonelor ramificate la atomul de carbon *beta*, având 6 până la 8 atomi de carbon, cu aldehide ramificate la atomul de carbon *alfa*, având 4 până la 15 atomi de carbon, rezultând cetone α,β -nesaturate, care sunt, în continuare, hidrogenate pentru a obține alcoolii saturați, **caracterizat prin aceea că** reacția de aldolcondensare este efectuată în prezența unei soluții apoase a unui hidroxid de metal alcalin, cu o concentrație de 30...55%, de preferință 40...50%, la o temperatură de 60...130°C, de preferință 80...120°C.

2. Procedeu conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că** apa rezultată în urma reacției de aldolcondensare este separată din amestecul de reacție, în mod continuu, în timpul reacției.

3. Procedeu conform revendicării 1 sau 2, **caracterizat prin aceea că** se folosesc drept aldehydă ramificată la atomul de carbon *alfa*, metilizobutilcetonă sau alte aldehide ramificate la atomul de carbon *alfa*, având 5 până la 12 atomi de carbon.

4. Procedeu conform revendicării 3, **caracterizat prin aceea că** se folosește drept aldehydă ramificată la atomul de carbon *alfa*, 2-etilhexanal.

5. Procedeu conform uneia sau mai multora dintre revendicările 1...4, **caracterizat prin aceea că** raportul molar dintre cetona ramificată la atomul de carbon *beta*, aldehyda ramificată la atomul de carbon *alfa* și hidroxidul de metal alcalin, prezent în soluție apoasă, este de (0,9...1,1)/1/(0,15...1), de preferință (0,95...1)/1/(0,35...0,75).

