

Warszawa, 23 października 1933 r.

C07c 29/00

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 18555.

Kl. 12 o, 5/02.

Henkel & Cie G. m. b. H.
(Düsseldorf, Niemcy).

Sposób wytwarzania alkoholi.

Zgłoszono 19 września 1932 r.

Udzielono 7 czerwca 1933 r.

Pierwszeństwo: 14 listopada 1931 r. (Niemcy).

Stwierdzono, iż można wytwarzać w sposób dogodny i z dobrymi wydajnościami alkohole, poddając uwodornianiu z zastosowaniem katalizatorów mieszane bezwodniki kwasów, złożone z karboksylowych kwasów organicznych i nieorganicznych kwasów tlenowych, lub mieszaniny takich bezwodników.

Jako materiały wyjściowe mogą służyć np. bezwodnik octowo-borowy o wzorze $(CH_3 \cdot COO)_3B$ albo bezwodnik borowo-stearynowy lub podobne. Związki te można otrzymywać łatwo i tanio na dużą skalę.

Okazało się, iż najlepiej prowadzić reakcję sposobem ciągłym, przy zastosowaniu silnie aktywnych katalizatorów, wyższego ciśnienia i podwyższonej tempera-

tury. Można też stosować wodór w postaci atomowej oraz uwodorniać bezwodniki w stanie par. Do reakcji nie jest potrzebny czysty wodór gazowy; można również stosować mieszaniny wodoru z innymi gazami, jak azotem, tlenkiem i dwutlenkiem węgla. Jako katalizatory nadają się: aktywowany cynk, srebro, nikiel, miedź, chrom i miedzi, względnie niklu. Katalizatory odporne na zatrucie stosuje się w stanie drobno zmielonym albo na nośnikach, jak żel krzemionkowy, azbest.

Korzystnie jest stosować materiały wyjściowe w stanie oczyszczonym, aby uniknąć zatrucia katalizatorów.

Produkty reakcji oddziela się z łatwością od katalizatorów przez destylację, ewentualnie z zastosowaniem próżni. Pro-

dukty otrzymuje się w stanie nadzwyczaj czystym.

Przykład I. 180 części wagowych mieszanego bezwodnika borowo-stearynowego o punkcie topnienia 71°C zadaje się 18 częściami chromitu miedzi i traktuje w autoklawie przy 250°C i 178 atm nadmiarem wodoru. Mniej więcej po 20 minutach ustala się stałe ciśnienie wodoru. Po ochłodzeniu odsącza się ciecz od katalizatora i destyluje przesącz w próżni. Przy $206^{\circ} \div 208^{\circ}\text{C}$ i ciśnieniu $13 \div 14$ mm przechodzi 94% produktu. Destylujący czysty alkohol oktodecyłowy zestala się na białą stałą masę i posiada punkt topliwości 58° . Utworzony kwas borowy odsącza się z katalizatorem i odzyskuje przez destylację z parą wodną.

Przykład II. 295 części wagowych bezwodnika borowo-laurynowego redukuje się w autoklawie z mieszałem przy 250°C , przy ciśnieniu początkowym wodoru 167 atm w obecności 10% chromitu miedziowego, otrzymanego przez traktowanie chromianu amonu azotanem miedzi i następne wyżarzenie wysuszonego osadu. Po rozcieńczeniu benzolem odsącza się katalizator i produkt reakcji destyluje w próżni po odpędzeniu rozpuszczalnika. Otrzymuje się z dobrą wydajnością alkohol decylowy, wrzący przy $134^{\circ} \div 140^{\circ}\text{C}$.

Przykład III. 168 części bezwodnika mieszanego kwasu borowego i kwasów oleju kokosowego redukuje się wodorem przy 250°C i ciśnieniu 182 atm. Jako katalizator stosuje się chromit miedzi, zawierający bar. Gdy pochłanianie wodoru ustanie, przerabia się produkt reakcyjny znanym sposobem. Otrzymuje się przez destylację mieszaninę wyższych alkoholi o liczbie acetylowej 241,6.

Przykład IV. 291 części wagowych bezwodnika krzemowo-stearynowego wprowadza się wraz z 10% chromitu miedzi do autoklawu. Przy temperaturze początko-

wej 66°C wprowadza się wodór o ciśnieniu 130 atm i ogrzewa autoklaw. Przy 180°C rozpoczęło się pobieranie wodoru. Uwodornianie przeprowadzano przez ogrzanie do 270°C . Produkt reakcyjny, destylowany w próżni, wykazywał liczbę acetylową 179,2 i stanowił czysty alkohol oktodecyłowy o własnościach, wymienionych w przykładzie I.

Przykład V. 281 części bezwodnika mieszanego kwasu krzemowego i kwasów oleju kokosowego redukowano z 10% katalizatora w ciągu 5 godzin przy 250°C wodorem pod ciśnieniem 160 atm. Produkt reakcyjny destylowano w próżni. Jako destylat otrzymano z dobrą wydajnością mieszaninę wyższych alkoholi, odpowiadających kwasom tłuszczowym oleju kokosowego. W podobny sposób przeprowadzono bezwodnik krzemowo-laurynowy przez uwodornianie pod ciśnieniem w alkohol do-decyłowy.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania alkoholi, zwłaszcza alkoholi wyższych szeregu tłuszczowego, znamienny tem, że mieszane bezwodniki organicznych kwasów karboksylowych i nieorganicznych kwasów tlenowych, jak borowy lub krzemowy, traktuje się wodorem w obecności katalizatorów i otrzymane produkty odsącza od katalizatora i kwasu nieorganicznego.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że stosuje się wodór w postaci atomowej.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamienny tem, że uwodornianie przeprowadza się w temperaturach $180^{\circ} \div 250^{\circ}\text{C}$ pod ciśnieniem wyższym od 100 atm.

Henkel & Cie G. m. b. H.
Zastępca: Dr. inż. M. Kryzan,
rzecznik patentowy.