



BREVET DE INVENȚIE

(12)

Hotărârea de acordare a brevetului de invenție poate fi revocată
în termen de 6 luni de la data publicării

(21) Nr. cerere: 94-01635

(61) Perfecționare la brevet:
Nr. 97205

(22) Data de depozit: 07.10.94

(62) Divizată din cererea:
Nr. ...

(30) Prioritate:

(86) Cerere internațională PCT:
Nr. ...

(41) Data publicării cererii:
BOPI nr. ...

(87) Publicare internațională:
Nr. ...

(42) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului:
30.04.96 BOPI nr. 4/96

(56) Documente din stadiul tehnicii:
RO 97205

(45) Data eliberării și eliberării și publicării brevetului:
BOPI nr. ...

(71) Solicitant: ICERP S.A. Ploiești, RO

(73) Titular: (71)

(72) Inventatori: Muja Ilie, Năstasi Adrian Vasile, Ionescu Ion, Stănoiu Cezar Ion, Brebeanu Aurelia, Anghel Constantin, RO

Mandatar:

(54) Procedeu pentru obținerea fenil-xilil-etanului

(57) **Rezumat:** Invenția se referă la un procedeu pentru obținerea fenil-xilil-etanului și constituie o perfecționare a invenției principale cu descrierea nr.97205. Procedeu constă în reacția de adiție a xilenilor la stiren, la un raport molar xileni-stiren

de 2....3/1 concentrația stirenului din amestecul tehnic de xileni nedepășind 1 %, iar temperatura de reacție fiind menținută la 50 60°C.

Revendicări: 1

RO 110815 B1

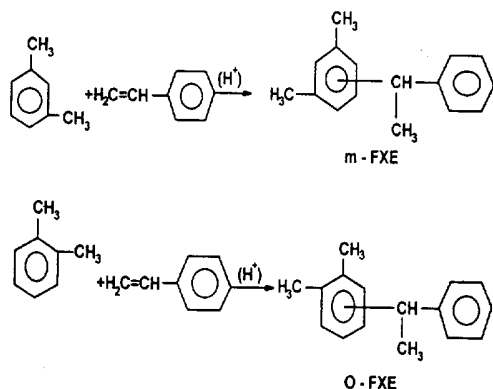


Prezenta invenție se referă la un procedeu pentru obținerea fenil-xilietanului (FXE) și constituie o perfecționare a invenției principale cu descrierea nr. **97205**.

Invenția principală se referă la un procedeu de obținere a 1,1' - diaril-alcanilor asimetrici, prin reacția de alchilare cu stiren a unor hidrocarburi metil-benzenice în prezență de acid sulfuric și se caracterizează prin aceea că reacția de aditie se realizează prin contactarea continuă a amestecului de reactanți și catalizator, într-un reactor echipat cu sistem de răcire și agitare puternică, în care, la 40...50°C, la un raport molar xileni: stiren de 2.....3/1 și la o concentrație a acidului sulfuric de 3...5%, după 30 90 minute de reacție obținându-se un randament în produs stirenat de cca. 75%.

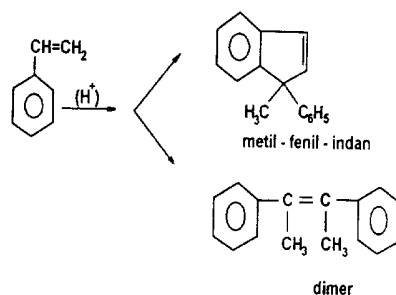
În condițiile de parametri menționați în invenția principală, prin introducerea în reactor a amestecului de reactanți și catalizator, concentrația agentului de alchilare (stiren) este mare (cca.30%), fapt ce conduce la realizarea unor viteze pronunțate ale reacțiilor secundare nedorite pentru calitatea produsului rezultat în final după purificare, impusă de utilizare acestuia ca ulei dielectric pentru aparatura electrotehnică.

Conform invenției principale, în competiție cu reacție de alchilare din care rezultă amestecul de FXE:



stirenul participă și la reacțiile de ciclizare și oligomerizare, cu formarea structurilor ce urmează:

5



10

15

20

25

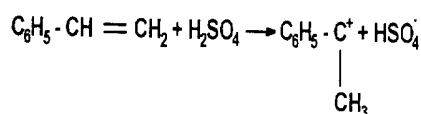
30

35

Concetrația acestor compuși în produsul finit este de cca. 20% și dăunează caracteristicilor dielectrice impuse de utilizarea acestuia în aparatura electrotehnică.

Concentrația ridicată a stirenului în zona de reacție conduce și la creșterea cantității de polymer cu greutate moleculară mare, în dauna randamentului în FXE.

Un alt dezavantaj al invenției principale este utilizarea acidului sulfuric de 95...96% care protejează direct stirenul cu formarea agentului electrofil:



care, afându-se într-o concentrație ridicată, reacționează cu viteze apreciable și în direcția formării produselor secundare nedorite, nefiind posibilă favorizarea selectivității în FXE.

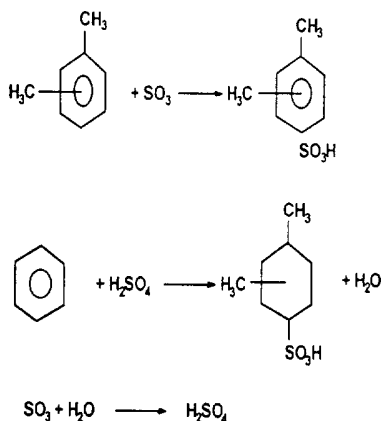
Pe de altă parte, pentru realizarea unor viteze de reacție acceptabile, este necesară prezența unor cantități relativ mari de acid sulfuric de 95...96%, fapt ce conduce la formarea unor cantități de gudroane acide.

Obiectul prezentei invenții de perfecționare este de obținere FXE de puritate avansată, prin diminuarea conținutului de produse nedorite (dimeri ai stirenului), cu realizarea unor randamente superioare de peste 90% în produs finit.

Procedeu conform prezentei invenții înlătură dezavantajele enumerate mai sus, prin aceea că, în zona de reacție concentrația stirenului din amestecul tehnic de xilen nu depășește 1% și este realizată prin dozarea stirenului în

timp de 120...180 minute cu un debit constant în amestecul tehnic de xileni și catalizator aflat sub agitare, raportul molar xileni:stiren la sfârșitul reacției fiind de 2-3/1, iar temperatura de reacție este menținută la 50...60°C prin preluarea căldurii de reacție de către agentul termic.

Prezenta invenție de perfecționare se mai caracterizează și prin faptul că, în locul acidului sulfuric de 95...96% se utilizează acid sulfuric oleum cu 20%, SO₃ într-o cantitate de maximum 2% față de xileni, care permite formarea *in situ* înainte de a începe dozarea stirenului, a acizilor xilil-sulfonici solubili în faza organică:



Realizarea solubilizării catalizatorului reacției în faza organică ca acizi-sulfonici, se trece de la sistemul catalitic acid din faza lichidă eterogenă (acid sulfuric - fază organică) în faza omogenă, agentul electrolit fiind distribuit uniform în toată zona de reacție. În acest sistem catalitic în care practic sunt eliminate zonele de concentrații ridicate, cauzate de transferul de masă la interfață, catalizator-reactant și transferul termic este îmbunătățit, reacțiile nedorite sunt mult dominate și randamentul în FXE este de cca. 90...92%.

Procedul, conform invenției, prezintă următoarele avantaje:

- realizarea unor randamente și selectivități superioare;
- îmbunătățirea caracteristicilor dielectrice ale produsului finit;
- reducerea cantităților de polimeri și grudoane acide prin utilizarea acidului

sulfuric oleum.

În continuare se prezintă un exemplu de realizare a invenției.

Într-un reactor din inox cu capacitatea de 2500 l, echipat cu dispozitiv de agitare și manta pentru realizarea transferului termic, se introduc 1200 kg amestec de xileni având concentrația în xilen de 50...65%. Se dozează în decurs de 15 minute sub agitare 20 kg acid sulfuric oleum (20% SO₃), după care se începe dozarea în timp de 180 minute a 375 kg stiren de puritate 99,5% cu un debit constant (2,45 l/min.), temperatura în zona de reacție menținându-se în limitele 50...60°C prin introducerea de apă de răcire în mantaua reactorului. În continuare se oprește agitarea și după 60 minute se scurg 30 kg gudron acid. Faza organică (1565 kg) cu un pH = 1-2 este supusă neutralizării în soluție 5% NaOH într-un vas echipat cu agitare și, în final, separării fazei apoase ce conține xilil-sulfonații de sodiu.

Amestecul de reacție constituit din 50% xileni; 40% FXE, 3% metil-fenil-indan; 5% dimeri ai stirenului și 5% polimeri este supus separării prin distilare, în prima etapă realizându-se îndepărtarea xilenilor și în etapa finală, la vid înaintat, a produsului finit de compuși polimerici.

FXE obținut, cu un conținut de 5% metil-fenil-indan și 5% dimeri ai stirenului, prezintă următoarele caracteristici dielectrice.

- constantă dielectrică (la 20°C) 2,55;
- tangenta unghiului de pierderi (la 20°C) 10⁻³;
- rezistivitate volumică / ρ / (la 20°C) 5 x 10¹³;
- rigiditate dielectrică (kV/cm) (la 20°C) 300.

Revendicare

Procedeu pentru obținerea fenil-xilil-etanolului, prin reacția de adiție a xilenilor la stiren în sistem continuu, în prezență de acid sulfuric drept catalizator, la un timp de contact de 30...90 minute,

conform invenției principale cu descrierea nr. **97205**, **caracterizat prin aceea că** în zona de reacție concentrația stirenului din amestecul tehnic de xileni nu depășește 1% și este realizată prin dozarea stirenului în timp de 120...180 minute, cu un debit constant, în amestecul tehnic de xileni și catalizator

aflat sub agitare, în prezență de acid sulfuric oleum cu 20% SO₃, raportul molar xileni-stiren la sfârșitul reacției fiind 2÷3/1, iar temperatura de reacție este menținută la 50...60°C prin preluarea căldurii de reacție de către agentul termic.

Președintele comisiei de examinare: **chim. Ștefan Rodica**
Examinator: **chim. Barbu Mara**