

RZECZPOSPOLITA
POLSKA



URZĄD
PATENTOWY
RP

OPIS PATENTOWY 150 971

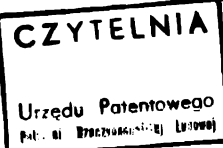
Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 87 07 10 /P. 266750/

Pierwszeństwo _____

Zgłoszenie ogłoszono: 89 01 23

Opis patentowy opublikowano: 1990 12 31



Int. Cl.⁵ C07C 47/02
C07C 45/29

Twórcy wynalazku: Jacek Kijeński, Jacek Reinherc, Marek Gliński,
Adam Brzeziński, Jacek Orlewski

Uprawniony z patentu: Politechnika Warszawska, Warszawa /Polska/

SPOSÓB WYTWARZANIA ALDEHYDÓW ALIFATYCZNYCH ZAWIERAJĄCYCH 8-13 ATOMÓW WĘGLA

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania aldehydów alifatycznych zawierających 8-13 atomów węgla z odpowiednich alkoholi. Aldehydy te są ważnymi półproduktami chemii środków zapachowych i aromatów spożywczych. Aldehyd n-oktylowy /kaprylowy/ jest składnikiem kompozycji zapachowych o zapachu akacji, irysa, jaśminu oraz aromatów spożywczych, na przykład o smaku cytrynowym, morelowym, pomarańczowym, śliwkowym. Aldehyd n-nonylowy /pelargonowy/ wchodzi w skład kompozycji zapachowych o nucie kwiatowej takiej jak bez, róża, kwiat pomarańczy. Aldehyd n-decyłowy /kaprynowy/ stosuje się do wytwarzania syntetycznego olejku pomarańczowego oraz kompozycji kwiatowych i fantazyjnych. Aldehyd n-dodecyłowy /laurynowy/ jest głównym składnikiem perfum o zapachu fiołka.

Znane sposoby wytwarzania aldehydów alifatycznych zawierających 8-13 atomów węgla polegają głównie na utlenianiu /odwodornieniu/ odpowiednich alkoholi w obecności różnych układów katalitycznych. I tak odwodornienie alkoholu n-oktylowego prowadzi się w obecności katalizatora miedziowo-cynkowego modyfikowanego solami Fe, Al i Bi, w temperaturze 350-500°C, z wydajnością około 80%. Utlenianie alkoholu n-oktylowego prowadzi się w obecności tlenku miedzi, w temperaturze 250-300°C, z wydajnością około 90%. Odwodornienie alkoholu n-nonylowego można prowadzić wobec niklu Raney'a w temperaturze około 200°C. Wydajność tego procesu wynosi około 25%. Wyższe wydajności można osiągnąć w reakcjach utleniania n-nonanolu, w których zwykle stosuje się heterogenne układy katalityczne zawierające chrom i miedź, takie jak K_2CrO_4 . CuO lub mieszane układy katalityczne Cu-Cr czy Cu-Zn. Procesy te prowadzi się w temperaturach 250-350°C, a ich wydajności są bliskie 40%. Odwodornienie /utlenianie/ alkoholu dodecyłowego prowadzi się wobec katalizatorów metalicznych takich jak cynk, kadm, czy miedź modyfikowanych tlenkiem chromu Cr_2O_3 , w temperaturach do 450°C i pod ciśnieniem 50-65. 10^{-1} MPa. W procesach tych można stosować również katalizatory

wielometaliczne, takie jak Zn-Cu-Cd, jednak wymagają one stosowania wysokich temperatur, na przykład powyżej 500°C dla układu Cu-Zn.

Sposób według wynalasku polega na tym, że alkohol alifatyczny zawierający 8-13 atomów węgla poddaje się reakcji wymiany wodoru z aldehydem zawierającym 2-5 atomów węgla, w układzie przepływowym, w temperaturze 350-450°C, w obecności tlenku magnezu aktywowanego w temperaturze 550-850°C. Sposób ten pozwala na otrzymanie aldehydu oktylowego, nonylowego, decylowego, undecylowego, dodecylowego i tridecylowego z wysoką wydajnością i selektywnością. Stosunek molowy reagentów i szybkość podawania substratów wywierają istotny wpływ na wydajność i selektywność procesu. Sposób według wynalasku jest bliżej objaśniony w przykładach wykonania.

P r z y k ł a d I. W przepływowym reaktorze umieszczono 5 g tlenku magnezu o granulacji 1-0,5 mm, kalcynowanego uprzednio w temperaturze 800°C. Przez warstwę katalizatora przepuszczano w sposób ciągły mieszaninę alkoholu n-oktylowego i aldehydu propionowego w stosunku molowym 1:6, w temperaturze 400°C. Obciążenie katalizatora wynosiło 1 cm³ mieszaniny na 1 cm³ katalizatora na godzinę. Po reakcji mieszaninę produktów poddano rektyfikacji otrzymując 75% molowych aldehydu n-oktylowego i 8,3% molowych cięższych produktów kondensacji.

P r z y k ł a d II. W przepływowym reaktorze kwarcowym umieszczono 5 g tlenku magnezu aktywowanego w temperaturze 550°C. Przez warstwę katalizatora w sposób ciągły przepuszczano mieszaninę alkoholu n-decylowego i aldehydu propionowego, w stosunku molowym 1:6, w temperaturze 400°C. Obciążenie katalizatora wynosiło 1 cm³ mieszaniny na 1 cm³ katalizatora na godzinę. Po rozdestylowaniu mieszaniny produktów otrzymano 77,8% molowych aldehydu decylowego i 9,8% molowych cięższych produktów kondensacji.

Z a s t r z e ż e n i e p a t e n t o w e

Sposób wytwarzania aldehydów alifatycznych zawierających 8-13 atomów węgla, z n a - m i e n n y t y m, że alkohol alifatyczny zawierający 8-13 atomów węgla poddaje się reakcji wymiany wodoru z aldehydem zawierającym 2-5 atomów węgla, w układzie przepływowym, w temperaturze 350-450°C, w obecności tlenku magnezu aktywowanego w temperaturze 550-850°C.