



УКРАЇНА

(19) UA (11) 35628 (13) C2

(51) 7 C07C29/70, 31/30

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІОПИС  
ДО ПАТЕНТУ НА ВІНАХІД(54) СПОСІБ ВИРОБНИЦТВА C<sub>4</sub>-C<sub>8</sub> АЛКОГОЛЯТУ НАТРІЮ

(21) 96052132

(22) 29.05.1996

(24) 16.04.2001

(31) 08/459.059

(32) 02.06.1995

(33) US

(46) 16.04.2001, Бюл. № 3, 2001 р.

(72) Ян Хендрік Веферс, NL, Роберт Ян Хендрік Шеффер, NL

(73) АМЕРІКАН ЦІАНАМІД КОМПАНІ, US

(56) 1. SU, 198316 A, 1967.

2. US, 3971833 A, 1976.

3. US, 4421936 A, 1983

(57) 1. Способ производства C<sub>4</sub>-C<sub>8</sub> алкоголята натрия, **отличающийся** тем, что обрабатывают перемешанную дисперсию металлического натрия в растворителе C<sub>4</sub>-C<sub>8</sub> алканолом в количестве, меньше чем стехиометрическое, при температуре от 100°C до 140°C с образованием смеси, содержащей первую фазу и вторую фазу, где первая фаза содержит раствор C<sub>4</sub>-C<sub>8</sub> алкоголята натрия в растворителе, а вторая фаза содержит металлический натрий, отделяют первую фазу с получением продукта C<sub>4</sub>-C<sub>8</sub> алкоголята натрия в виде раствора.

2. Способ по п. 1, **отличающийся** тем, что упомянутый растворитель представляет собой ароматический углеводород или смесь ароматических углеводородов.

3. Способ по п. 1, **отличающийся** тем, что упомянутый процесс проводят в инертной атмосфере.

4. Способ по п. 3, **отличающийся** тем, что инертной атмосферой является азот.

5. Способ по п. 1, **отличающийся** тем, что количество C<sub>4</sub>-C<sub>8</sub> алканолом составляет от примерно 0,10 до 0,90 молярных эквивалентов.

6. Способ по п. 5, **отличающийся** тем, что количество C<sub>4</sub>-C<sub>8</sub> алканолом составляет от примерно 0,4 до 0,6 молярных эквивалентов.

7. Способ по п. 1, **отличающийся** тем, что оставшуюся фазовую смесь непрерывно рециркулируют.

8. Способ по п. 1, **отличающийся** тем, что температуру поддерживают в диапазоне от 120°C до 130°C.

9. Способ по п. 1, **отличающийся** тем, что упомянутый C<sub>4</sub>-C<sub>8</sub> алканол представляет собой третичный C<sub>4</sub>-C<sub>8</sub> алканол.

10. Способ по п. 9, **отличающийся** тем, что упомянутый третичный C<sub>4</sub>-C<sub>8</sub> алканол представляет собой т-бутанол или т-амиловый спирт.

11. Способ по п. 10, **отличающийся** тем, что упомянутый третичный C<sub>4</sub>-C<sub>8</sub> алканол представляет собой т-бутанол.

12. Способ по п. 6, **отличающийся** тем, что упомянутый C<sub>4</sub>-C<sub>8</sub> алканол представляет собой т-бутанол, а температура составляет 120°-130°C.

13. Способ по п. 1, **отличающийся** тем, что упомянутую первую фазу после отделения охлаждают и фильтруют с получением C<sub>4</sub>-C<sub>8</sub> алкоголята натрия в виде твердого вещества.

C<sub>4</sub>-C<sub>8</sub> алкогольаты натрия представляют собой важные, многоцелевые химические соединения, полезные во множестве реакций синтеза и производственных процедур, в которых имеется потребность применять сильное органическое основание. Несмотря на то, что получение C<sub>4</sub>-C<sub>8</sub> алкогольата натрия посредством реакции металлического натрия и C<sub>4</sub>-C<sub>8</sub> алканолом хорошо известно, проведение такой реакции в реальной практике в крупных масштабах представляет собой потенциально опасный, дорогостоящий процесс. В большей части практикуемых способов требуется добавление катализатора или создание энергоемких условий реакции, таких, например, как высокая температура (>160°C) и высокое давление.

В этой связи объектом настоящего изобретения является разработка безопасного эффективного способа производства C<sub>4</sub>-C<sub>8</sub> алкогольата натрия.

В другом аспекте настоящее изобретение относится к непрерывному интегрированному источнику C<sub>4</sub>-C<sub>8</sub> алкогольата натрия, пригодному для использования в производственном процессе, в котором требуется сильное органическое основание.

Еще в одном своем аспекте настоящее изобретение относится к готовому и удобному источнику по существу чистого кристаллического C<sub>4</sub>-C<sub>8</sub> алкогольата натрия, пригодного для хранения и транспортировки.

(19) UA (11) 35628 (13) C2



Несмотря на то, что предлагаемый в изобретении способ может быть осуществлен в присутствии воздуха, создание атмосферы инертного газа, такого, как азот, гелий, аргон или подобного, предпочтительно азота, значительно повышает безопасность содержания образуемого в ходе реакции водорода.

В одном варианте реализации изобретения раствор продукта  $C_4-C_8$  алкоголята натрия в растворителе может быть введен непосредственно в имеющийся в производственном процессе поток, так что может осуществляться непрерывная подача в указанном растворителе раствора сильного органического основания к проводимой в промышленном масштабе реакции, такой, как, например, конденсация основания или реакция Кнёвенагеля.

В другом варианте реализации изобретения раствор в указанном растворителе продукта  $C_4-C_8$  алкоголята натрия может быть охлажден и отфильтрован с получением существенно чистого кристаллического продукта  $C_4-C_8$  алкоголята натрия, пригодного для хранения и транспортировки, а также для использования в качестве источника органического основания высокого качества, аналитической степени чистоты.

Для лучшего понимания настоящего изобретения ниже приведены специфические примеры. Эти примеры являются просто иллюстративными, ни в коей мере не ограничивающими область настоящего изобретения и заложенных в нем принципов. При этом любому специалисту в данной области техники очевидна возможность осуществления различных модификаций настоящего изобретения. Такие модификации также входят в рамки прилагаемой формулы изобретения.

#### Пример 1

Способ непрерывного производства т-бутилата натрия в виде 17% раствора (вес/вес)

Смесь металлического натрия (87,6 г, 3,81 моля) в 752 г ЦИКЛОЗОЛА<sup>®</sup>53 (CYCLOSOL<sup>®</sup>53), растворителя, состоящего из смеси ароматических углеводородов, производимых Компанией Шелл Ойл (Shell Oil Company, Хьюстон, Техас) в 1,5 л реакторе с двойными стенками, снабженном четырьмя перегородками и двойным 4-лопастным скошенным смесителем, покрывают слоем азота и нагревают до температуры 125°C. При температуре 125-130°C смесь интенсивно перемешивают для диспергирования расплавленного металлического натрия и затем добавляют для запуска реакции 5 г смеси (1:1) т-бутанола и ЦИКЛОЗОЛА<sup>®</sup>53 (2,5 г, 0,03 моля т-бутанола). Оставшийся т-бутанол добавляют в течение 3-часового периода времени в виде смеси 1:1 с ЦИКЛОЗОЛОМ<sup>®</sup>53 (277,3 г, 1,87 моля т-бутанола) при 130°C. Полученную смесь выдерживают без перемешивания в течение 0,25 часа при температуре 130°C для разделения фаз. Часть верхней фазы (670,9 г) отделяют декантацией с получением 17% (вес/вес) раствора т-бутилата натрия в ЦИКЛОЗОЛЕ<sup>®</sup>53. Оставшуюся смесь фаз, состоящую из раствора т-бутилата натрия в ЦИКЛОЗОЛЕ<sup>®</sup>53 (415,7 г) и расплавленного металлического натрия

(44 г, 1,91 моля) охлаждают до комнатной температуры.

Такую охлажденную фазовую смесь обрабатывают второй смесью, состоящей из свежего металлического натрия (26,3 г, 1,14 моля) и 452 г ЦИКЛОЗОЛА<sup>®</sup>53, покрывают слоем азота и нагревают до температуры 125°C. При температуре 125-130°C реакционную смесь интенсивно перемешивают для диспергирования расплавленного металлического натрия. Затем нагретую, перемешанную реакционную смесь обрабатывают 169,6 г смеси (1:1) т-бутанола и ЦИКЛОЗОЛА<sup>®</sup>53 (1,14 моля т-бутанола) в течение 1,5-часового периода времени при температуре 125-130°C. Полученную двухфазную смесь выдерживают без перемешивания в течение 0,25 часа при температуре 130°C. Порцию верхней фазы, равную 640,2 г, отделяют декантацией с получением 17% (вес/вес) раствора т-бутилата натрия (1,13 моля т-бутилата натрия) в ЦИКЛОЗОЛЕ<sup>®</sup>53. Оставшуюся смесь фаз, включающую 411,7 г раствора т-бутилата натрия в ЦИКЛОЗОЛЕ<sup>®</sup>53 и 44 г расплавленного натрия (1,91 моля) охлаждают до комнатной температуры.

Вышеуказанную процедуру повторяют с достижением непрерывного производства т-бутилата натрия в виде 17% (вес/вес) раствора в ЦИКЛОЗОЛЕ<sup>®</sup>53.

#### Пример 2

Способ непрерывного производства т-бутилата натрия в виде твердого вещества.

Смесь металлического натрия (77,3 кг, 3,36 кмоль) в 668 кг ЦИКЛОЗОЛА<sup>®</sup>53 в реакторе, снабженном перегородками и смесителем, покрывают слоем азота и нагревают до температуры 120°C-130°C. Нагретую смесь интенсивно перемешивают до получения мелкодисперсионного состояния расплавленного металлического натрия, после чего для запуска реакции добавляют смесь т-бутанола и ЦИКЛОЗОЛА<sup>®</sup>53 (1:1) (3,9 кг, 0,026 кмоль т-бутанола). Оставшийся т-бутанол добавляют в виде смеси с ЦИКЛОЗОЛОМ<sup>®</sup>53 (1:1) (245,1 кг, 1,65 кмоль т-бутанола) при температуре 130°C в течение 1,5 часов. Полученную двухфазную реакционную смесь выдерживают при температуре 130°C без перемешивания в течение 1 часа. Отбирают и охлаждают до температуры примерно 20°C часть верхней фазы (570 кг). Отфильтровывают полученный белый кристаллический осадок. Отфильтрованный осадок промывают примерно 10 л изогексана и высушивают при температуре 30°C/400 мБар с получением целевого продукта в виде белого твердого вещества, 96 кг (1,0 кмоль), 99-100% чистоты.

Объединяют маточный раствор и изогексановую промывку, содержащие т-бутилата натрия (0,65 кмоль) в ЦИКЛОЗОЛЕ<sup>®</sup>53, рециркулируют в исходный реактор, который содержит оставшуюся реакционную смесь фаз, и нагревают до температуры 135°C для удаления изогексана. Полученную оставшуюся реакционную смесь фаз затем вводят в последующий реакционный процесс, который включает реакцию с 1,0 кмольным количеством, как описано выше.

---

ДП "Український інститут промислової власності" (Укрпатент)  
Україна, 01133, Київ-133, бульв. Лесі Українки, 26  
(044) 295-81-42, 295-61-97

---

Підписано до друку \_\_\_\_\_ 2001 р. Формат 60х84 1/8.  
Обсяг \_\_\_\_\_ обл.-вид. арк. Тираж 50 прим. Зам. \_\_\_\_\_

---

УкрІНТЕІ, 03680, Київ-39 МСП, вул. Горького, 180.  
(044) 268-25-22

---