

(19)



(10) **LT 3239 B**

(12) **PATENTO APRAŠYMAS**

(11) Patento numeris: **3239**

(51) Int.Cl.⁵: **C07C 45/41,
C07C 41/48,
C07C 47/127,
C07C 43/303,
F02M 59/46**

(21) Paraiškos numeris: **IP1894**

(22) Paraiškos padavimo data: **1994 03 10**

(41) Paraiškos paskelbimo data: **1994 10 25**

(45) Patento paskelbimo data: **1995 04 25**

(31,32,33) Prioritetas: **484/93, 1993 03 12, AT**

(72) Išradėjas:
**Stefan Pollhammer, AT
Josef Schaller, AT
Willibald Winetzhammer, AT**

(73) Patento savininkas:
Chemie Linz Gesellschaft m. b. H, St. Peter-Strasse 25, A-4021 Linz, AT

(74) Patentinis patikėtinis:
Reda Žabollėnė, 7, UAB "Metida", Pilies g. 8/1-2, 2600 MTP Vilnius, LT

(54) Pavadinimas:
**Peroksidinių ozonolizės produktų hidrogenolitinės redukcijos būdas ir įrenginys
cheminių junginių hidrogenolizei**

(57) Referatas:

Peroksidinių ozonolizės produktų hidrogenolitinės redukcijos iki atitinkamų karbonilinių junginių, esant inertiniam organiniam tirpikliui ir esant monolitiniam katalizatoriui, kai vandenilio slėgis yra nuo 0,01 iki 2,0 MPa ir temperatūrų intervalas nuo -10 iki 150°C, būdas ir įrenginys cheminių junginių hidrogenolizei vandeniliu, kurie po hidrogenolizės duoda vienalyčius naujus produktus.

Olefinų ozonolizės būdu ekologiškai švariai gaunami tokie karboniliniai junginiai, kaip aldehidai arba ketonai, arba, priklausomai nuo apdorojimo sąlygų, jų pusiauacetaliai, acetaliai arba ketaliai, kurie yra

5 vertingos pradinės medžiagos preparatyvinėje organinėje chemijoje. Žinoma, kad ozonolizės metu taip pat susidaro ir peroksidai, kurie tik redukcijos būdu gali būti paversti norimais produktais. Karbonilinių junginių, jų pusiauacetalų, acetalų ir ketalių ga-

10 vimo būdas, panaudojant ozonolizę ir redukciją, kurios yra atliekamos pramoniniu būdu, aprašytas EP-B-O 146784 arba EP-B-O 147593. Pagal šių abiejų patentų aprašymus junginiai, turintys dvigubas olefinines jungtis, žemesniajame alifatiniam alkoholyje nuo -80°C iki 20°C

15 temperatūroje reaguoja su ekvivalentiniu ozono kiekiu; po to, peroksidinis reakcijos tirpalas kartu su vandeniliu tiekiamas į hidrinimo katalizatoriaus suspensiją taip, kad peroksido koncentracijos mišinyje neviršytų 0,1 mol/l. Kadangi šiuo metodu vykdant reak-

20 ciją susidaro rūgštūs šalutiniai produktai, kurie apnuodija ir greitai dezaktyvuoja katalizatorių, reakcijos mišinio pH reikšmė turi būti kontroliuojama, pridėdant bazės.

25 Nelauktai buvo nustatyta, kad aukščiau aprašytuose būduose, vietoj įprastinės katalizatoriaus suspensijos naudojant monolitinį katalizatorių, nesusidaro rūgštūs šalutiniai produktai, net jei naudojama ta pati pagrindinė katalizatoriaus medžiaga, pvz., paladis arba

30 platina. Be to, palyginamaisiais bandymais buvo nustatyta, kad naudojant monolitinį katalizatorių, gaunamos didesnės išeigos ir švaresni produktai bei ilgą laiką išlieka geras katalizatoriaus aktyvumas.

35 Todėl išradimo objektas yra peroksidinių ozonolizės produktų hidrogenolitinės redukcijos iki atitinkamų karbonilinių junginių inertiškame reakcijos sąlygomis

organiniame tirpiklyje, esant katalizatoriui bei vandenilio slėgiui nuo 0,01 iki 2,0 MPa ir temperatūrų intervalui nuo -10 iki 150°C, būdas, besiskiriantis tuo, kad katalizatoriumi naudojamas monolitinis katalizatorius.

Čia, kaip karboniliniai junginiai suprantami alifatiniai, aromatiniai arba heterocikliniai aldehydai arba ketonai, be to, priklausomai nuo ozonolizei panaudoto pradinio junginio molekulės prigimtės ir nuo joje esančių dvigubų jungčių skaičiaus, karboniliniame junginyje gali būti kelios aldehydinės ir/arba ketoninės grupės. Karboniliniai junginiai, kurie yra gaunami išradimą atitinkančiu būdu ir, atitinkamai, pradinėmis medžiagomis panaudoti junginiai, o taip pat atitinkamų peroksidinių ozonolizės produktų gavimas yra žinomi, pavyzdžiui, iš EP-B-O 146784 arba EP-B-O 147593. Išradimą atitinkančiame būde peroksidinių ozonolizės produktų prigimtis ir gavimo būdas nėra lemiami. Esminga yra tai, kad peroksidiniai ozonolizės produktai yra bent dalinai ištirpę hidrogenolizės reakcijos sąlygomis inertiniame tirpiklyje. Čia kaip organinis tirpiklis, suprantami įprastiniai hidrogenolizėje naudojami tirpikliai, pavyzdžiui, alifatiniai arba aromatiniai, esant reikalui, chlorinti angliavandeniliai, tokie kaip pentanas, heksanas, cikloheksanas, toluenas, ksilenai, metileno chloridas, dichloretanas, chlorbenzenai, karboninių rūgščių esteriai, tokie kaip acto rūgšties metilo, etilo arba butilo esteriai, eteriai, tokie kaip dietilo eteris, diizopropilo eteris, tetrahidrofuranas, ketonai, tokie kaip acetonas, metilbutilketonas, alkoholiai, tokie kaip metanolis, etanolis, izopropilolis. Naudojant tirpikliais alkoholius, kaip produktai gali susidaryti ne tik panaudotus olefinus atitinkantys aldehydai arba ketonai, bet ir jų pusiau acetaliai, acetaliai arba jų ketaliai; be to,

acetalinimas arba ketalinimas žymiu mastu priklauso nuo tomis sąlygomis esančios pH reikšmės.

Išradimą atitinkančiame būde daugiausia naudojami
 5 peroksidiniai ozonolizės tirpalai žemesniajame alifatiniam alkoholyje, turinčiame nuo 1 iki 6 C-atomų, ypatingą pirmenybę turi peroksidinių ozonolizės produktų tirpalai alkoholyje, kurie gaunami pagal EP-B-O 147593 aprašytą gavimo būdą. Nelauktai, išradimą atitinkančiam būdui peroksido koncentracija neturi įtakos.
 10 Tačiau bendru atveju, peroksidinių ozonolizės produktų tirpalai gaminami taip, kad peroksido koncentracija neviršytų 1,5 mol/l, kadangi aukštesnių koncentracijų peroksidai yra linkę suirti sprogdant. Todėl pirmenybę
 15 turi tirpalai, kuriuose peroksido koncentracija neviršija 1,5 mol/l.

Kaip monolitinis katalizatorius, suprantamas katalizatorius, sudarytas iš nešiklio, kuris yra padengtas
 20 pagrindine katalizatoriaus medžiaga. Nešiklis turi kiek galima didesnę paviršiaus plotą, kuris gali būti gautas suteikiant nešikliui korio arba plokštelių formos struktūrą. Nešiklis yra vientiso kūno formos ir gali būti padarytas iš tinkamų medžiagų, pavyzdžiui, metalo,
 25 stiklo, keramikos, plastmasės. Pirmenybę turi metalinis nešiklis, pavyzdžiui, iš plieno, aliuminio, kadangi pasirodė, kad jis tolygiai gali sugerti reakcijos šilumą ir vėl ją atiduoti į supančią reakcijos terpę. Būtent buvo nustatyta, kad nešikliais naudojant nelaidžias medžiagas, reakcijos terpėje gali atsirasti vietiniai
 30 perkaitimai, o tai gali neigiamai paveikti reakcijos produktų išeigas ir švarumą.

Kaip pagrindinė katalizatoriaus medžiaga suprantamos
 35 organinių peroksidinių junginių redukcijoje įprastos pagrindinės katalizatoriaus medžiagos. Įprastos pagrindinės katalizatoriaus medžiagos yra, pavyzdžiui, tau-

rieji metalai, tokie kaip platina, paladis, pereina-
mieji metalai, tokie kaip nikelis, kobaltas, rodis, jų
oksidai, arba tokių metalų ar oksidų mišiniai. Šie
metalai gali būti dalinai apnuodyti tokiais sunkia-
5 siais metalais kaip švinas, bismutas. Išradimą atitin-
kančiame būde pirmenybę turi tauriųjų metalų arba
tauriųjų metalų mišinių su pereinamaisiais metalais
panaudojimas pagrindine katalizatoriaus medžiaga. Iš-
radimą atitinkančiame būde išeigos nepriklauso nuo
10 panaudoto pagrindinės katalizatoriaus medžiagos kiekio,
tačiau, norint pasiekti pakankamą hidrinimo greitį,
rekomenduojama naudoti nuo 0,1 iki 5,0 svorio %, ypač
nuo 0,2 iki 2,0 svorio %, pagrindinės katalizatoriaus
medžiagos, skaičiuojant bendram peroksidinio tirpalo
15 kiekiui.

Tokius katalizatorius galima pasigaminti įprastai pa-
dengiant, pavyzdžiui, užgarinant pagrindinę kataliza-
toriaus medžiagą ant nešiklio, arba impregnuojant ne-
20 šiklį pagrindine katalizatoriaus medžiaga.

Vykiant reakciją pagal išradimą atitinkantį būdą,
peroksidiniai ozonolizės produktai, esantys naudojama-
me tirpiklyje, turi kontaktuoti su monolitiniu kata-
lizatoriumi ir vandeniliu. Čia katalizatorius gali būti
25 patalpintas į tirpiklį, kuriame yra peroksidiniai ozo-
nolizės produktai, ir maišant leidžiamas vandenilis,
arba tirpiklis, kuriame yra peroksidiniai ozonolizės
produktai, kartu su vandeniliu nepertraukiamai lei-
30 džiami per monolitinį katalizatorių. Pirmenybę turi
nepertraukiamas kontaktavimas.

Redukcija, kuri bendru atveju vyksta egzotermiškai, yra
vykdoma nuo -10 iki 150°C temperatūrų intervale,
35 pirmenybę turi nuo 15 iki 70°C temperatūrų intervalas,
ypatingą pirmenybę turi nuo kambario temperatūros iki
 50°C temperatūrų intervalas. Čia vandenilis yra pa-

duodamas įprastai leidžiant į tirpalą, arba spaudžiant iš viršaus. Bendru atveju vandenilio slėgis yra nuo 0,01 iki 2,0 MPa, pirmenybę turi nuo 0,1 iki 1,0 MPa slėgis. Atitinkamiems ozonolizės produktams tinkamą vandenilio slėgį ir tinkamą temperatūrą lengvai galima nustatyti išankstiniame bandyme.

Redukcijos reakcijoje susidaro naudotus peroksidinius ozonolizės produktus atitinkantys aldehidai, ketonai, arba jų pusiauacetaliai, jų acetaliai arba jų ketaliai. Po apdirbimo hidrintų produktų tirpalas paprastu būdu atskiriamas nuo katalizatoriaus: arba išimant katalizatoriaus nešiklį iš reakcijos mišinio, arba išpumpuojant produktų tirpalą iš reakcijos indo, kuriame yra katalizatorius. Atkrenta komplikotas katalizatoriaus suspensijos atskyrimas filtruojant arba centrifuguojant, kaip tai reikėjo daryti iki šiol, o taip pat gaisro pavojų sukeliantis katalizatoriaus suspensijos sąlytis su atmosferos deguonimi. Susidaręs hidrogenolizės produktas išskiriamas, iš reakcijos mišinio pašalinant organinį tirpiklį ir, esant reikalui, panaudojant tokius įprastus metodus, kaip kristalizacija, chromatografija arba distiliacija.

Tinkamiausiame išradimo realizavimo variante naudojamas brėžinyje pavaizduotas įrenginys. Brėžinyje (V) žymi surinkimo indą, kuriame naudojamame tirpiklyje yra peroksidiniai ozonolizės produktai. Peroksidiniai ozonolizės produktai į surinkimo indą (V) gali būti paduodami tiesiai iš ozonolizės. Panaudojant siurbli (P), reakcijos mišinys iš indo (V) kartu su vandeniliu, tolygia srove leidžiamas pro monolitinį katalizatorių (F) ir patenka į indą (G), kuriame yra įrengtas įtaisas (T), skirtas temperatūros kontrolei, ir kuriuo yra palaikoma temperatūra nuo kambario temperatūros iki 60°C. Manometru (p) ir ventiliu (VE) palaikomas vandenilio slėgis nuo 0,1 iki 0,3 MPa.

Bendru atveju reakcijos tirpalas po vienkartinio kontakto su monolitiniu katalizatoriumi (F) nėra suhidrinamas, todėl jis, panaudojant cirkuliacinį siurbli (K) iš indo (G) pumpuojamas per paėmimo įtaisą (E1) pro monolitinių katalizatorių (F) tol, kol peroksido koncentracija, kurią matuoja įtaisas (A) nukrenta iki norimos koncentracijos. Palankiausiu atveju monolitinis katalizatorius yra sudarytas iš metalinio vamzdžio, kuriame yra koriai arba plokštelės, padengtos pagrindine katalizatoriaus medžiaga. Metalinis vamzdis gali būti toks, kad jį būtų galima betarpiškai įrengti reakcijos linijoje, to dėka įmanoma greitai ir paprastu būdu pakeisti katalizatorių. Fiksuojant katalizatorių ant nešiklio, sumažėja katalizatoriaus nusėdimas reakcijos linijoje.

Tuo atveju, kai gaminami distiliuojami hidrogenolizės produktai, įvykus reakcijai, reakcijos mišinys iš indo (G) per paėmimo įtaisą (E2) paduodamas į distiliavimo įrengimą (D), kuriame iš naudoto tirpiklio su aukšta išeiga išskiriami labai švarūs hidrogenolizės produktai. Toks įrenginys, skirtas hidrogenolitinei redukcijai įvairių cheminių junginių, kurie po hidrogenolizės, panaudojant monolitinių katalizatorių ir vandenilį, gali būti paversti atskirais naujais produktais, yra naujas ir taip pat yra išradimo objektas.

Išradimą atitinkančiu būdu peroksidiniai ozonolizės produktai tiesiai iš ozonolizės paprastu būdu ir su aukšta išeiga redukuojami iki labai švarių hidrogenolizės produktų, be to, nereikia pridėti bazės ir atkrenta pavojingos ir sudėtingos katalizatoriaus atskyrimo operacijos.

Todėl išradimas praturtina techniką.

Pavyzdžiai

1 pavyzdys

5 187 g maleino rūgšties metilo esterio (1,3 molio) 1000-je ml metanolio, leidžiant 1000 l deguonies, turinčio 4 svorio % ozono, per valandą, nuo -15 iki -10°C temperatūroje reagavo su ekvivalentiniu ozono kiekiu, kol kol maleino rūgšties metilo esterio kiekis pasidarė
10 mažesnis nei 1% nuo pradinės koncentracijos.

Reakcijoje gautas peroksido tirpalas buvo hidrinamas 0,12 MPa vandenilio slėgyje, esant monolitiniam katalizatoriui, sudarytam iš plieninio vamzdžio, kuriame
15 yra plokštelės, padengtos 7,2 g platinos. Sureagavo 28,6 NI vandenilio, t.y. 98,2% nuo teorinio kiekio. Po to, kai peroksido koncentracija nukrito iki <10 mmol/l, reakcija buvo nutraukta ir, nugarinus metanolį, reakcijos produktas buvo distiliuojamas, esant 55°C/mm Hg.

20 Gauta 299,5 g praktiškai 100 %-nio grynumo glioksilo rūgšties metilo esterio pusiauacetalio, t.y. 96% nuo teorinio kiekio.

25 2 pavyzdys

156 g stirolo maždaug 850-je ml metanolio buvo apdoroti ozonu 1 pavyzdyje aprašytu būdu; gautas apie 1 litras 1,5 moliarinio peroksidinio ozonolizės tirpalo;
30 šis tirpalas brėžinyje pavaizduotame įrenginyje buvo apdorotas vandeniliu, esant nuo 30 iki 40°C temperatūrai ir 0,12 MPa slėgiui bei metaliniam katalizatoriui, padengtam Lindlar'o pagrindine katalizatoriaus medžiaga. Sureagavo 31,9 NI vandenilio, o
35 tai sudaro 94,9% nuo teorinio kiekio. Įvykus reakcijai, tirpiklis buvo nugarintas ir liekana nudistiliuota vakuumė. Gauta 149,3 g praktiškai 100 %-nio

benzaldehido, kurio virimo temperatūra buvo 119-120°C/14 mm Hg; tai sudaro 94% nuo teorinio kiekio, skaičiuojant pagal paimto stirolo kiekį.

5 3 ir 4 pavyzdžiai

3 ir 4 pavyzdžiai buvo atliekami 2 pavyzdyje aprašytu būdu, tačiau panaudojant:

10 3. 177 g 4-metilstirolo; šiuo atveju sureagavo 32,4 NI vandenilio, t.y. 95,4% nuo teorinio kiekio,

4. 121,5 g izosafrolio (3,4-metilendioksi-(alfa-metil)-stirolas); šiuo atveju sureagavo 15,8 NI vandenilio,
15 t.y. 97,5% nuo teorinio kiekio.

Gauta praktiškai 100 %-nio grynumo:

3. 169 g 4-metilbenzaldehido, kurio virimo temp. 106-108°C/10 mm Hg; tai sudaro 94% nuo teorinio kiekio,
20 skaičiuojant pagal paimto 4-metilstirolo kiekį.

4. 140,6 g heliotropino (3,4-metilendioksibenzaldehido), kurio virimo temp. 106-107°C/4 mm Hg; tai sudaro
25 94% nuo teorinio kiekio, skaičiuojant pagal paimto izosafrolo kiekį.

5 pavyzdys

30 5 pavyzdys buvo atliktas 2 pavyzdyje aprašytu būdu, tačiau panaudojant 223,5 g nitrostirolo; šiuo atveju sureagavo 31,8 NI vandenilio, t.y. 94,6% nuo teorinio kiekio. Nugarinus tirpiklį, likusi liekana ištirpinta karštame vandenyje ir tirpalas atšaldytas ledo vonioje.
35 Iškritusios nuosėdos nufiltruotos ir išdžiovintos. Gauta 216 g 4-nitrobenzaldehido, kurio lyd. temp. 105 -

106°C; tai sudaro 96% nuo teorinio kiekio, skaičiuojant pagal paimto 4-nitrostirola kiekį.

6 pavyzdys

5

0,5 moliarinis naftalino tirpalas metanolyje buvo veikiamas ozonu pagal 1 pavyzdyje aprašytą metodiką. Susidaręs reakcijos tirpalas, kuris buvo 1 moliarinis, skaičiuojant pagal orto-ftalaldehido ozonolizės produktą, brėžinyje pavaizduotame įrenginyje nepertraukiamai leidžiamas pro monolitinių katalizatorių nuo 30 iki 35°C temperatūroje, esant 0,12 MPa vandenilio slėgiui. Peroksido koncentracija nukrito žemiau 10 mmol/l ir buvo sunaudota 94% teorinio vandenilio kiekio. Iš produkto tirpalo, kuris buvo nepertraukiamai šalinamas iš reakcijos zonos, nugarintas metanolis ir liekana ištirpinta tokiam karšto vandens kiekyje, kad susidarytų skaidrus tirpalas. Stovint šaltyje, išsikristalino dalis susidariusio o-ftalaldehido. Vandeninė fazė du kartus ekstrahuota dietilo eteriu, prieš tai išsikristalinęs o-ftalaldehidas ištirpintas sumaišytuose eteriniuose ekstraktuose ir organinis tirpiklis buvo nugarintas.

25 Gauta 88,2% nuo teorinio kiekio praktiškai 100 %-nio švarumo o-ftalaldehido, kurio lyd. temp. 54°C.

7 pavyzdys

30 7 pavyzdys buvo atliktas kaip ir 6 pavyzdys, tačiau naudojant monolitinių katalizatorių, padengtą paladžiu. Sureagavo 97% teorinio vandenilio nuo vandenilio kiekio; o-ftalaldehido išeiga - 90% nuo teorinio kiekio; švarumas lygus praktiškai 100%, lyd. temp. 54°C.

35

8 ir 9 pavyzdžiai

8 ir 9 pavyzdžiai buvo atliekami 2 pavyzdyje aprašytu būdu, tačiau panaudojant:

8. 210 g 1-deceno; šiuo atveju sureagavo 32,4 NI vandenilio, t.y. 96,4% nuo teorinio kiekio,

9. 172 g 1,4-diacetoksibuteno-2; šiuo atveju sureagavo 21,8 NI vandenilio, t.y. 97,3% nuo teorinio kiekio.

10 Gauta praktiškai 100 %-nio grynumo:

8. 201 g nonalio, kurio vir. temp. 79-81⁰C/12 mm Hg; tai sudaro 94% nuo teorinio kiekio, skaičiuojant pagal paimto 1-deceno kiekį.

15

9. 188 g acetoksiacetaldehido, kurio vir. temp. 55-56⁰C/15 mm Hg; tai sudaro 92% nuo teorinio kiekio, skaičiuojant pagal paimto 1,4-diacetoksibuteno-2 kiekį.

20 10 pavyzdys

1 litras 1,5 moliarinio ciklooktadieno ozonolizės produktų metanolinio tirpalo, gauto 1 pavyzdyje aprašytu būdu, redukuojamas pagal 1 pavyzdyje aprašytą metodiką. Sureagavo 98% teorinio vandenilio kiekio. Gautos medžiagos charakterizavimui produkto tirpalas buvo acetalintas ir po to gautas reakcijos mišinys frakcionuotas vakuume. Gauta 90,1% nuo teorinio kiekio praktiškai 100 %-nio švarumo 1,1,4,4-tetrametoksibutano, kurio vir. temp. 86-87⁰C, esant 15 torų slėgiui.

11 pavyzdys

35 11 pavyzdys buvo atliktas 6 pavyzdyje aprašytu būdu, tačiau naudojant 123 g ciklohekseno; šiuo atveju sureagavo 30,5 NI vandenilio, t.y. 90,8% nuo teorinio

kiekio. Gautos medžiagos charakterizavimui produkto tirpalas buvo acetalintas ir gautas reakcijos mišinys frakcionuotas vakuume. Gauta 275 g praktiškai 100 %-nio švarumo 1,1,6,6-tetrametoksiheksano; tai sudaro 89% nuo teorinio kiekio, skaičiuojant pagal paimto cikloheksano kiekį. Vir. temp. 111°C/20 mm Hg.

12 pavyzdys

12 pavyzdys buvo atliktas 11 pavyzdyje aprašytu būdu, tačiau naudojant 105 g 2,5 dihidrofurano; šiuo taveju sureagavo 31,9 NI vandenilio, t.y. 94,9% nuo teorinio kiekio. Produkto tirpalo oksiminis titravimas parodė, kad susidariusiame 3-oksaglutaro aldehide yra 2,88 molio aldehydinių grupių. Tai atitinka 96% išeigą nuo teorinio kiekio, skaičiuojant pagal paimto 2,5-dihidrofurano kiekį.

13 ir 14 pavyzdžiai

13 ir 14 pavyzdžiai buvo atlikti 2 pavyzdyje aprašytu būdu, tačiau naudojant:

13. 105 g 2-vinilpiridino; šiuo atveju sureagavo 21,5 NI vandenilio, t.y. 96% nuo teorinio kiekio,

14. 52,5 g 4-vinilpiridino; šiuo atveju sureagavo 10,2 NI vandenilio, t.y. 91% nuo teorinio kiekio.

Buvo gauta praktiškai 100 %-nio grynumo:

13. 97,4 g piridin-2-aldehido, kurio vir. temp. 59-62°C/10 mm Hg; tai sudaro 91% nuo teorinio kiekio, skaičiuojant pagal paimto 2-vinilpiridino kiekį.

14. 48 g piridin-4-aldehido, kurio vir. temp. 70-72°C/10 mm Hg; tai sudaro apie 90% nuo teorinio kiekio, skaičiuojant pagal paimto 4-vinilpiridino kiekį.

5 15-17 pavyzdžiai

15-17 pavyzdžiai buvo atlikti 2 pavyzdyje aprašytu būdu, tačiau naudojant:

10 15. 150 g metakrilo rūgšties metakrilato; šiuo atveju sureagavo 32,2 NI vandenilio, t.y. 96% nuo teorinio kiekio,

15 16. 171 g metakrilo rūgšties etilakrilato; šiuo atveju sureagavo 31,9 NI vandenilio, t.y. 95% nuo teorinio kiekio.

20 17. 192 g etilakrilo rūgšties etilo esterio; šiuo atveju sureagavo 31,9 NI vandenilio, t.y. 95% nuo teorinio kiekio.

Gauta praktiškai 100 %-nio grynumo:

25 15. 145,5 g pirovynuogių rūgšties metilo esterio, kurio vir. temp. 61-62°C/40 mm Hg; tai sudaro apie 95% nuo teorinio kiekio, skaičiuojant pagal paimto metakrilo rūgšties metakrilato kiekį,

30 16. 164 g pirovynuogių rūgšties etilo esterio, kurio vir. temp. 78-80°C/15 mm Hg; tai sudaro apie 94% nuo teorinio kiekio, skaičiuojant pagal paimto metakrilo rūgšties etilakrilato kiekį.

35 17. 178 g 2-oksosviesto rūgšties etilo esterio, kurio vir. temp. 68-69°C/20 mm Hg; tai sudaro apie 92% nuo teorinio kiekio, skaičiuojant pagal paimto etilakrilo rūgšties etilo esterio kiekį.

IŠRADIMO APIBRĖŽTIS

1. Peroksidinių ozonolizės produktų hidrogenolitinės
5 redukcijos iki atitinkamų karbonilinių junginių inertiniame reakcijos sąlygomis organiniame tirpiklyje, esant katalizatoriui bei vandenilio slėgiui nuo 0,01 iki 2 MPa ir temperatūrų intervalui nuo -10° iki 150° C, būdas, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad
10 katalizatoriumi naudoja monolitinių katalizatorių.
2. Būdas pagal 1 punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad katalizatorių sudaro iš katalizatoriaus nešiklio, padengto tauriuoju metalu.
15
3. Būdas pagal 2 punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad katalizatoriaus nešiklį padaro iš metalo.
4. Būdas pagal vieną iš 1-3 punktų, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad inertiniu organiniu tirpikliu
20 naudoja alkoholį, turintį nuo 1 iki 6 C-atomų.
5. Būdas pagal vieną iš 1-4 punktų, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad vandenilio slėgį palaiko nuo
25 0,1 iki 1 MPa.
6. Būdas pagal vieną iš 1-4 punktų, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad temperatūrą palaiko nuo 15° iki 70° C.
30
7. Įrenginys cheminių junginių katalitinei hidrogenolizei vandeniliu, susidedantis iš indo hidrogenolizuojamam junginiui laikyti (V), siurblio cheminiam junginiui paduoti (P), įtaiso vandeniliui paduoti (VE)
35 ir manometro vandenilio slėgiui matuoti (p), indo su monolitiniu katalizatoriumi (F), indo reakcijos tirpalui surinkti (G), kuris turi įtaisą, skirtą temperatūros kontrolei (T) ir įtaisus, skirtus produkto

- tirpalui išleisti (E1 ir E2), cirkuliacinio siurblio (K) ir įtaiso bandiniams paimti (A), b e s i s k i - r i a n t i s tuo, kad laikymo indas (V), siurblys (P), vandenilio ventilis (VE), vandenilio manometras (p), monolitinis katalizatorius (F), indas (G), cirkuliacinis siurblys (K) ir bandinių paėmimo įtaisas (A) yra vienas su kitu sujungti į liniją reakcijos tirpalui leisti, kuria hidrogenolizuojamas cheminis junginys ir vandenilis tolygia srove per monolitinį katalizatorių (F) leidžiamas į indą (G) reakcijos tirpalui surinkti, be to, reakcijos tirpalas, panaudojant cirkuliacinį siurblį, iš surinkimo indo vėl gali būti leidžiamas per monolitinį katalizatorių.
- 15 8. Įrenginys pagal 7 punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad indas (G) reakcijos tirpalo linijoje sujungtas su distiliavimo įrenginiu (D).
- 20 9. Įrenginio pagal 7 arba 8 punktą panaudojimas peroksidinių ozonolizės produktų hidrogenolitinei redukcijai atlikti.
- 25 10. Būdas pagal vieną iš 1-6 punktų, b e s i s k i - r i a n t i s tuo, kad peroksidinių ozonolizės produktų hidrogenolitinės redukcijos reakciją vykdo įrenginyje pagal 7 arba 8 punktą.

