



NORGE

(19) [NO]

STYRET FOR DET
INDUSTRIELLE RETTSVERN

[B] (12) **UTLEGNINGSSKRIFT** (11) **NR. 154548**

(51) Int. Cl. C 07 C 41/03,
B 01 J 23/02, 27/22

(21) Patentsøknad nr. 812704
(22) Inngivelsesdag 10.08.81
(24) Løpedag 10.08.81
(62) Avdelt/utskilt fra søknad nr.

(71)(73) Søker/Patenthaver **VISTA CHEMICAL COMPANY,**
15990 North Barkers Landing Road,
Houston, TX 77224,
USA.

(86) Internasjonal søknad nr. -
(86) Internasjonal inngivelsesdag -
(85) Videreføringsdag -
(41) Alment tilgjengelig fra 23.02.82
(44) Utlegningsdag 07.07.86

(72) Oppfinner **KANG YANG,**
Ponca City, OK,
GERALD LEE NIELD,
Ponca City, OK,
PAUL HOWARD WASHECHECK,
Ponca City, OK,
USA.

(74) Fullmektig Tandbergs Patentkontor A-S, Oslo.

(30) Prioritet begjært 22.08.80, USA, nr 180236.

(54) Oppfinnelsens benevnelse **FREMANGSMÅTE VED ALKOXYLERING AV ALKOHOLER
I NÆRVÆR AV STRONTIUM- OG BARIUMHOLDIGE
KATALYSATORER.**

(57) Sammendrag Fremgangsmåte ved alkoxylering av alkoholer inneholdende fra 2 til 36 carbonatomer. Alkoxyleringen utføres ved at alkoholene bringes i kontakt med et alkoxyleringsmiddel i nærvær av basiske strontiumholdige eller bariumholdige materialer sammen med en effektiv mengde av en uorganisk co-katalysator valgt blant kalciumoxyd, kalciumcarbide, kalciumhydroxyd, metallisk magnesium, metallisk aluminium, sinkoxyd og magnesiumhydroxyd. Alkoxyleringsreaksjonen utføres ved temperatur i området fra 120^o til 260^oC.

Det tas sikte på å fremstille alkoxylerede alkoholer med snever adduktfordeling og lavt innhold av biprodukter og uomsatte frie alkoholer.

(56) Anførte publikasjoner Norsk (NO) alment tilgjengelig patentsøknad nr. 801725.

Denne oppfinnelse angår en fremgangsmåte ved alkoxylering av alkoholer, fortrinnsvis alkanoler, inneholdende 4 - 36, fortrinnsvis 4 - 24, carbonatomer, hvor alkoxyleringen utføres ved at alkoholene bringes i kontakt med et alkoxyleringsmiddel bestående av ethylenoxyd, propylenoxyd eller en blanding av disse, i nærvær av basiske strontiumholdige eller bariumholdige materialer som hovedkatalysator, ved temperaturer i området fra 120 til 260°C.

Den generelle reaksjon mellom alkoholer og addukt-dannende materialer, såsom ethylenoxyd, for dannelse av alkoxylererte alkoholer (ethylenoxydaddukter) har lenge vært kjent og utnyttet i kommersiell målestokk. Eksempelvis er ethylenoxydaddukter blitt anvendt som vaske- og rensemidler, klesvaskemidler for husholdning og industri, byggere for vaskemidler, poleringsmidler, hygieniske midler og tørrensemidler. Som andre brukere kan nevnes cellulose- og papirindustrien og fiberindustrien. Disse materialer er særlig velegnede for disse anvendelser, fordi de har funksjonelle egenskaper, såsom fukteevne, skumningsevne, emulgeringsevne og dispergeringsevne samt oppløseliggjørende egenskaper og vaskemiddelegenskaper.

Det finnes mye litteratur på området ethoxylering av alkoholer. Det finnes også mange publikasjoner som redegjør for de katalytiske egenskaper av mange forskjellige materialer samt mekanismen og kinetikken for disse reaksjoner. Eksempelvis beskrives i fransk patentskrift nr. 1 365 945 bruken av forbindelser inneholdende et aktivt hydrogenatom, som omsettes med ethylenoxyd i nærvær av en alkalimetallbase.

Generelt er også sure katalysatorer kjent. Imidlertid fåes der ved ethoxylering av alkoholer uvegerlig en hel gruppe av forskjellige addukter. Eksempelvis vil ved anvendelse av adduktene som overflateaktive midler et addukt med for få ethylenoxydmolekyler ikke være effektivt, på grunn av dets dårlige oppløselighet. Et addukt med for mange ethylenoxydmolekyler vil imidlertid også være uegnet, fordi overflatespenningen

pr. masseenhet reduseres drastisk med økende molekylvekt. Det har således lenge vært viktig å fremstille og anvende ethoxylater med en så snever produktfordeling som mulig i det ønskede adduktmolområde (vanligvis 3 - 10). Syrekatalyserte reaksjoner, såsom den ovenfor beskrevne, gir slike alkoxylater, men disse katalysatorer gir større mengder av visse uønskede biprodukter (såsom dioxan), som må fraskilles og fjernes før produktene kan anvendes.

I russisk patentskrift nr. 523 074 angis det at alkali- metaller og diverse carbonater kan anvendes for å katalysere disse reaksjoner. Dannelsen av biprodukter ved de basekatalyserte reaksjoner er meget liten, men ved basekatalyserte reaksjoner er adduktfordelingen ønsket bred. Resultatet er at en stor andel av det erholdte produkt ikke er anvendelig eller er mindre ønskelig på grunn av fordelingen.

Representativt men ikke uttømmende for teknikkens stand er US patentskrift nr. 3 328 467, som beskriver bruken av zeolitter og modifiserte zeolitter som katalysatorer ved ethoxyleringsreaksjoner. I fransk patentskrift nr. 1 557 407 angis anvendelse av triethyloxoniumfluorborat for å katalysere slike reaksjoner. Faktisk finnes der i faget en mengde henvisninger til alkalimetallhydroxyder, såsom natrium- og kaliumhydroxyd, tertiære aminer og metallisk natrium. I tysk patentsøknad (DE-OS) nr. 2 639 564 beskrives polyalkoxylering av forbindelser inneholdende aktivt hydrogen i nærvær av et natriumfluorborat eller perklorater av metaller, såsom magnesium, kalsium, mangan og sink. I henhold til US patentskrift nr. 3 969 417 anvendes tertiære oxoniumsalter som katalysator.

I US patentskrift nr. 3 830 850 beskrives tilsetning av natrium, kalium, lithium, rubidium, cesium, kalsium, barium eller strontium for å kondensere fenoler med formaldehyd. Deretter tilsettes ethylenoxyd til kondensasjonsproduktet for å avstedkomme en ethoxyleringsreaksjon. Alle disse materialer er imidlertid beheftet med de ovenfor angitte ulemper.

Det ville derfor være meget fordelaktig med en katalysator som gir de små mengder biprodukter som er karakteristiske for basiske katalysatorer, men som gir den snevre

adduktfordeling innenfor det foretrukne område, som oppnås med sure katalysatorer. En slik katalysator, som ville fremme en innsnevring av produktfordelingskurven, ville i vesentlig grad øke verdien av det fremstilte ethoxylat. En slik katalysator er beskrevet i norsk patentsøknad nr. 801725. Denne katalysator har imidlertid en induksjonstid som strekker seg opp til ca. 20 minutter ved 178°C og gir fra 1 til 2% polyetylen-glycol i produktet, hvilket, skjønt det er lite, likevel er uønsket.

Det er derfor et siktemål med den foreliggende oppfinnelse å gjøre bruk av et katalysatorsystem som vil gi addukter med snever molfordeling ved omsetning av alkoholer av alle typer med forbindelser såsom ethylenoxyd og propylenoxyd, samtidig som det gir bare små mengder av uønskede biprodukter og uomsatte frie alkoholer samt avstedkommer en reaksjon som umiddelbart er effektiv som følge av en redusert induksjonsperiode.

Ved hjelp av oppfinnelsen tilveiebringes det således en fremgangsmåte som innledningsvis angitt, som er særpreget ved at alkoxyleringen utføres i nærvær også av en effektiv mengde av en uorganisk co-katalysator valgt blant kalsiumoxyd, kalsiumcarbid, kalsiumhydroxyd, metallisk magnesium, metallisk aluminium, sinkoxyd og magnesiumhydroxyd.

Fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen kan utføres ved omgivelsenes temperatur. Man kan imidlertid benytte overtrykk opp til 7 kg/cm². Imidlertid foretrekkes trykk under 4,2 kg/cm². Dessuten kan underatmosfæriske trykk anvendes. Det vil være klart at skjønt anvendelsen av overtrykk eller undertrykk ikke har noen uheldig innvirkning på fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen, er det imidlertid hensiktsmessig å utføre reaksjonen i trykkområdet fra atmosfæretrykk til 7 kg/cm².

Fremgangsmåten utføres normalt ved temperaturer fra 120° til 260°C. Av praktiske grunner vil imidlertid kommersielle prosesser normalt utføres ved temperaturer i området fra 150 til 200°C. Temperaturer i området fra 160° til 190°C foretrekkes spesielt.

Fortrinnsvis vil alkoholene som omsettes ved fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen, inneholde fra 4 til 20 carbonatomer. I kommersielle prosesser benyttes som oftest alkoholer med fra 8 til 18 carbonatomer. Som alkoxyleringsmiddel foretrekkes ethylenoxyd.

Reaksjonsproduktene kan ha et hvilket som helst innhold av alkoxyleringsmidlet (såsom ethylenoxyd), men vil normalt inneholde fra 30 til 80%, regnet på vektbasis. For de fleste formål vil imidlertid adduktinnholdet være fra 40 til 70 vekt%. Mengden av addukt som er tilstede under reaksjonen, er ikke av kritisk betydning, såfremt man bare har tilstede den minste mengde som er nødvendig for å gi et tilstrekkelig antall enheter til å nå det addukt-moltall som ønskes for alkoholen som undergår reaksjonen.

De strontiumholdige og bariumholdige katalysatorer som anvendes ved fremgangsmåten, er basiske katalysatorer som gir en snever molfordeling av de dannede addukter, samtidig som de sterkt reduserer mengden av uomsatte frie alkoholer og uønskede biprodukter som normalt opptrer ved reaksjoner som gir en snever fordeling. I henhold til oppfinnelsen tilsettes der til disse strontiumholdige og/eller bariumholdige katalysatorer en effektiv mengde uorganiske co-katalysatorer for ytterligere å redusere forekomsten av biproduktreaksjoner og for å redusere eller eliminere induksjonsperioden som går forut for igangsettelsen av alkoxyleringen.

Representative eksempler på strontiumholdige katalysatorer er metallisk strontium, SrH_2 , SrO , Sr(OH)_2 og $\text{Sr(OH)}_2 \cdot X \text{H}_2\text{O}$, hvor X betegner antallet tilstedeværende vannmolekyler. Mange av disse strontiumforbindelser er aktive katalysatorer når de anvendes alene, og de er ytterst aktive katalysatorer når de anvendes sammen med en effektiv mengde av en co-katalysator eller aktivator.

Representative eksempler på bariumholdige katalysatorer er metallisk barium, BaH_2 , BaO , Ba(OH)_2 og $\text{Ba(OH)}_2 \cdot X \text{H}_2\text{O}$, hvor X betegner antallet tilstedeværende vannmolekyler. Mange av disse bariumforbindelser er aktive katalysatorer når de anvendes alene, og de er ytterst aktive katalysatorer når de

benyttes sammen med en effektiv mengde av en co-katalysator eller aktivator.

De omtalte katalysatorblandinger kan anvendes i en hvilken som helst effektiv mengde. Jo større mengden er, desto hurtigere fullføres reaksjonen, skjønt større mengder ikke synes å ha noen vesentlig innvirkning på fordelingen som oppnås. Imidlertid benyttes der for praktiske formål normalt minst 0,1 vekt% strontium- og/eller bariumkatalysator, beregnet på vekten av alkoholen som skal omsettes, og vanligvis anvendes fra 0,1 til 5,0 vekt%, idet en mengde av fra 0,1 til 2,0 vekt% foretrekkes spesielt. Mengden av aktivator eller co-katalysator som bør være tilstede sammen med strontium- eller bariumkatalysatoren, kan generelt angis som den mengde som virker effektivt. Virkningen av co-katalysatoren eller aktivatoren blir betydelig ved anvendelse av en mengde av ca. 0,1 vekt%, beregnet på mengden av alkoholen som skal omsettes. Det er logisk å regne med en øvre grense, over hvilken mengden av tilstedeværende aktivator ikke vil gi noen ytterligere fordel.

Normalt vil disse materialer tilsettes strontium- eller bariumkatalysatorene i mengder av fra 0,1 til 2 vekt%, beregnet på vekten av alkoholen. Normalt foretrekkes mengder i området fra 0,15 til 1,5 vekt%, og mengder i området fra 0,3 til 0,8 vekt% foretrekkes spesielt. Det er imidlertid ganske klart at disse grenser kan variere betydelig. Det kan være fordelaktig å omsette den uorganiske aktivator med katalysatoren før tilsetningen til alkoxyleringssystemet. For utførelse av en slik forhåndsreaksjon omsettes den ønskede mengde katalysator med en effektiv mengde aktivator i en tid som kan strekke seg opp til 4 timer, ved temperaturer opp til ca. 200°C. Foretrukne betingelser er temperaturer i området fra 25°C til 160°C og reaksjonstid inntil 2,5 timer. Slike forhåndsfremstilte katalysatorer kan isoleres, eller de kan tilsettes som en reaksjonsblanding til alkoxyleringsmiljøet.

Fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen kan anvendes effektivt på alle typer av alkoholer, både mettede og umettede. Representative eksempler på såvel umettede som mettede alkoholer er gitt nedenfor.

Fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen er således effektiv for alle typer av umettede alkoholer. Representative eksempler på slike alkoholer er acetyleniske alkoholer. Disse alkoholer innbefatter hexynoler, såsom 1-hexyn-3-ol, ethyloctynoler, såsom 4-ethyl-1-octyn-3-ol, methylbutynoler, såsom 2-methyl-3-butyn-2-ol og methylpentynoler, såsom 3-methyl-1-pentyn-3-ol. Andre alkoholer er f.eks. cis-9-octadecen-1-ol, 2,5-dimethyl-3-hexyn-2,5-diol, 3,6-dimethyl-4-octyn-3,6-diol og 2,4,7,9-tetramethyl-5-decyn-4,7-diol.

Skjønt fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen er effektiv for alle typer av alkoholer, foretrekkes alkanoler. Blant alkanolene, som omfatter såvel lineære som forgrenede primære og sekundære alkanoler, blir de lineære og forgrenede primære alkanoler mest benyttet, og de er de foretrukne alkoholer for anvendelse ved fremgangsmåten. Representative eksempler på slike alkoholer er de som fås ved hydrogenering av naturlig forekommende fett og oljer, såsom "CO"- og "TA"-alkoholer, markedsført av Proctor and Gamble Co., f.eks. "CO-1214N"-alkohol, "CO 1618"-alkohol og "TA 1618"-alkohol, og "ADOL"-alkoholer, markedsført av Ashland Oil Co., såsom "ADOL 54"-alkohol, "ADOL 61"-alkohol, "ADOL 64"-alkohol, "ADOL 60"-alkohol og "ADOL 66"-alkohol. Alkoholer fremstilt ved Zieglerkjemi kan også ethoxyleres. Eksempler på disse alkoholer er "ALFOL"-alkoholer, markedsført av Conoco Inc., f.eks. "ALFOL 1012"-alkohol, "ALFOL 1214"-alkohol, "ALFOL 1012"-alkohol, "ALFOL 1618"-alkohol, "ALFOL 1412"-alkohol, "ALFOL 1618"-alkohol, "ALFOL 1620"-alkohol og EPAL[®]-alkoholer, markedsført av Ethyl Chemical Co., såsom "EPAL[®] 1012"-alkohol, EPAL[®] 1214-alkohol EPAL[®] 1418-alkohol. Fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen er meget anvendelig for oxoalkoholer (hydroformylering) fremstilt ut fra olefiner. Eksempler på slike alkoholer er "NEODOL"-alkohol, markedsført av Shell Oil Co., såsom "NEODOL 23"-alkohol, "NEODOL 25"-alkohol, "NEODOL 45"-alkohol; TERGITOL-L[®], markedsført av Union Carbide Corp., såsom TERGITOL-L[®] 125-alkohol; "LIAL"-alkoholer, markedsført av Liquichimica Co., såsom "LIAL 125"; og isodecyl- og tri-decylalkoholer, markedsført av Exxon Corp., såsom isodecyl-

- alkohol og tridecylalkohol. Guerbertalkoholer kan også alkoxy-
leres. Representative eksempler på disse alkoholer er
"STANDAMUL"-alkoholer, markedsført av Henkel Chemical Co.,
såsom "STANDAMUL GT-12"-alkohol, "STANDAMUL GT-16"-alkohol,
5 "STANDAMUL GT-20"-alkohol og "STANDAMUL GT-1620"-alkohol.
Sekundære alkoholer kan også benyttes, såsom TERGITOL[®] alkohol,
som markedsføres av Union Carbide Corp.

Representative eksempler på slike alkoholer er 1-
decanol; 1-undecanol; 1-dodecanol; 1-tridecanol; 1-tetra-
10 decanol; 1-pentadecanol; 1-hexadecanol; 1-heptadecanol; 1-
octadecanol; 1-nonadecanol; 1-eicosanol; 2-methyl-1-undecanol;
2-propyl-1-nonanol; 2-butyl-1-octanol; 2-methyl-1-tridecanol;
2-ethyl-1-dodecanol; 2-propyl-1-undecanol; 2-butyl-1-decanol;
2-pentyl-1-nonanol; 2-hexyl-1-octanol; 2-methyl-1-pentadecanol;
15 2-ethyl-1-tetradecanol; 2-propyl-1-tridecanol; 2-butyl-1-
dodecanol; 2-pentyl-1-undecanol; 2-hexyl-1-decanol; 2-heptyl-
1-decanol; 2-hexyl-1-nonanol; 2-octyl-1-octanol; 2-methyl-
1-heptadecanol; 2-ethyl-1-hexadecanol; 2-propyl-1-pentadecanol;
2-butyl-1-tetradecanol; 1-pentyl-1-tridecanol; 2-hexyl-1-
20 dodecanol; 2-octyl-1-decanol; 2-nonyl-1-nonanol; 2-dodecanol;
3-dodecanol; 4-dodecanol; 5-dodecanol; 6-dodecanol; 2-tetra-
decanol; 3-tetradecanol; 4-tetradecanol; 5-tetradecanol; 6-
tetradecanol; 7-tetradecanol; 2-hexadecanol; 3-hexadecanol;
25 4-hexadecanol; 5-hexadecanol; 6-hexadecanol; 7-hexadecanol;
8-hexadecanol; 2-octadecanol; 3-octadecanol; 4-octadecanol;
5-octadecanol; 6-octadecanol; 7-octadecanol; 8-octadecanol;
9-octadecanol; 9-octadecanol-1; 2,4,6-trimethyl-1-heptanol;
2,4,6,8-tetramethyl-1-nonanol; 3,5,5-trimethyl-1-hexanol;
30 3,5,5,7,7-pentamethyl-1-octanol; 3-butyl-nonanol; 3-butyl-
1-undecanol; 3-hexyl-1-undecanol; 3-hexyl-1-tridecanol; 3-
octyl-1-tridecanol; 2-methyl-2-undecanol; 3-methyl-3-undecanol;
4-methyl-4-undecanol; 2-methyl-2-tridecanol; 3-methyl-3-
tridecanol; 4-methyl-3-tridecanol; 4-methyl-4-tridecanol; 3-
ethyl-3-decanol; 3-ethyl-3-dodecanol; 2,4,6,8-tetramethyl-
35 2-nonanol; 2-methyl-3-undecanol; 2-methyl-4-undecanol; 4-
methyl-2-undecanol; 5-methyl-2-undecanol; 4-ethyl-2-decanol;
4-ethyl-3-decanol; tetracosanol; hexacosanol; octacosanol;
triacontanol; dotriacontanol; hexatriacontanol; 2-decyl-

tetradecanol; 2-dodecylhexadecanol; 2-tetradecyloctadecanol; 2-hexadecylcyleicosanol.

5 Fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen er meget velegnet for alkoxylering av alkoholer fremstilt ut fra olefiner ved hydroformylering (eller oxo/hydrogenering). Slike alkoholer har tidligere ført til vanskeligheter når de er blitt benyttet som reaktanter ved alkoxylering, og spesielt ethoxylering, på grunn av den høye konsentrasjon av uomsatte alkoholer. Katalysatorene anvendt ved fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen 10 gir meget gode ethoxylater ved anvendelse av disse alkoholer.

Fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen gir adduktalkoxylater med høyt moltall og med et meget snevert, sterkt ønskelig fordelingsområde. Dessuten inneholder produktene bare små mengder biprodukter og uomsatte frie alkoholer, samtidig som det 15 oppnås en fordelaktig, høy reaksjonshastighet. De uorganiske co-katalysatorer eller aktivatorer som anvendes ved fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen, reduserer i stor utstrekning den tidligere omtalte induksjonsperiode som gjør seg gjeldende for de angjeldende katalysatorer. 20

Vanligvis vil behandlingen av alkoholer med ethylenoxyd gi et ikke-ionisk tensid, fordi hydrogenbinding til de mange 25 oxygenatomer gjør polyetherenden av molekylet vannoppløselig. Alternativt kan ethoxylatene overføres til sulfater og anvendes i form av alkalimetall- eller ammoniumsalter.

30 Ved hjelp av fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen fremstilles høyeffektive alkoholalkoxylater ut fra primære og sekundære, forgrenede og rettkjedede alkoholer på en ny, meget uventet måte. Blant de nevnte alkoholer foretrekkes primære alkanoler. Disse alkoholer inneholder normalt fra 4 til 20 carbonatomer, men også alkanoler med fra 4 til 36 carbonatomer kan anvendes. Reaksjonsproduktene er nyttige som ikke-ioniske overflateaktive midler med stor fukteevne, og de 35 utgjøres av blandinger av monoalkylethere av polyethylen-glycol.

I henhold til den foretrukne utførelsesform av fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen omsettes således ethylenoxyd med en forgrenet eller rettkjedet høyere alkanol i nærvær av metallisk barium eller strontium, barium- eller strontium-

hydrid, barium- eller strontiumoxyd, barium- eller strontiumhydroxyd eller andre barium- og strontiumbaser, aktivert av en effektiv mengde av minst ett materiale valgt blant CaO , Ca(OH)_2 , Mg , Mg(OH)_2 , ZnO , CaC_2 og Al .

Oppfinnelsen skal nu beskrives mer inngående i de nedenstående eksempler, hvor alle andeler og prosentangivelser er regnet på vektbasis, dersom ikke annet er angitt.

Skjønt eksemplene beskriver en satsvis utførelse av fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen, er katalysatorene og aktivatorene som benyttes, meget velegnede for kontinuerlige utførelser av fremgangsmåten. Reaksjonsproduktene som fås, er av meget god kvalitet og fås i meget godt utbytte.

Eksempel 1 (sammenligningseksempel)

En reaktor av rustfritt stål ble tilført 1,0 g strontiumhydroxyd. $8\text{H}_2\text{O}$ og 180 g "ALFOL 1412" alkohol (en alkohol erholdt ved hydrolyse av aluminiumalkoxyder inneholdende 12 - 14 carbonatomer). Etter gjennomblåsning med nitrogen ved 150°C , under tilførsel av nitrogenet i en mengde av 250 ml pr. minutt i 30 minutter, ble temperaturen hevet til 178°C . Reaktoren ble raskt evakuert, og ethylenoxyd ble tilført inntil et trykk på ca. $2,8 \text{ kg/cm}^2$. Ingen reaksjon av betydning fant sted i løpet av 120 minutter.

Eksempel 2

Det ble utført et forsøk som beskrevet i eksempel 1, bortsett fra at 3,0 g kalciumoxyd ble tilført som co-katalysator. I løpet av 78 minutter hadde 120 g ethylenoxyd reagert under dannelselse av et ethoxylat inneholdende 10,5% fri alkohol.

Eksempel 3

Det ble utført et forsøk som beskrevet i eksempel 2, bortsett fra at 0,5 g bariumhydroxyd. $8\text{H}_2\text{O}$ ble benyttet istedenfor $\text{Sr(OH)}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$. I løpet av 60 minutter hadde 120 g ethylenoxyd reagert, under dannelselse av et ethoxylat inneholdende 10% fri alkohol.

Eksempel 4

Det ble utført et forsøk som beskrevet i eksempel 1, bortsett fra at 3,0 g magnesiumoxyd ble tilsatt som co-katalysator. I løpet av 88 minutter hadde 120 g ethylenoxyd reagent, under dannelsen av et ethoxylat inneholdende 9,7% fri alkohol.

Eksempel 5

Det ble utført et forsøk som beskrevet i eksempel 1, bortsett fra at 1,0 g pulverformig magnesiummetall ble benyttet som co-katalysator. I løpet av 106 minutter var 120 g ethylenoxyd blitt omsatt under dannelsen av et ethoxylat inneholdende 10,0% fri alkohol.

Eksempel 6

Det ble utført et forsøk som beskrevet i eksempel 1, bortsett fra at 1,0 g kalciumcarbid (CaC_2) ble tilsatt som en co-katalysator. I løpet av 73 minutter var 120 g ethylenoxyd blitt omsatt, under dannelsen av et ethoxylat inneholdende 10,0% fri alkohol.

Eksempel 7

Det ble utført et forsøk som beskrevet i eksempel 1, bortsett fra at 3,0 g sinkoxyd ble tilsatt som en co-katalysator. I løpet av 90 minutter var 120 g ethylenoxyd blitt omsatt, under dannelsen av et ethoxylat inneholdende 10,2% fri alkohol.

Eksempel 8

Det ble utført et forsøk som beskrevet i eksempel 1, bortsett fra at 0,5 g aluminiumpulver ble tilsatt som en co-katalysator. I løpet av 111 minutter var 120 g ethylenoxyd blitt omsatt, under dannelsen av et ethoxylat inneholdende 9,8% fri alkohol.

P a t e n t k r a v

1. Fremgangsmåte ved alkoxylering av alkoholer, for-
5 trinnsvis alkanoler, inneholdende 4 - 36, fortrinnsvis
4 - 24, carbonatmer, hvor alkoxyleringen utføres ved at
alkoholene bringes i kontakt med et alkoxyleringsmiddel
bestående av etylenoxyd, propylenoxyd eller en blanding
av disse, i nærvær av basiske strontiumholdige eller barium-
10 holdige materialer som hovedkatalysator, ved temperaturer
i området fra 120 til 260°C,
k a r a k t e r i s e r t v e d at alkoxyleringen utfø-
res i nærvær også av en effektiv mengde av en uorganisk
co-katalysator valgt blant kalsiumoxyd, kalsiumcarbid, kal-
15 siumhydroxyd, metallisk magnesium, metallisk aluminium,
sinkoxyd og magnesiumhydroxyd.
2. Fremgangsmåte ifølge krav 1,
k a r a k t e r i s e r t v e d at det anvendes en
20 hovedkatalysator valgt blant metallisk strontium, strontium-
hydrid, strontiumhydroxyd, hydratisert strontiumhydroxyd,
strontiumoxyd, metallisk barium, bariumhydrid, bariumhyd-
roxyd, hydratisert bariumhydroxyd og bariumoxyd.
- 25 3. Fremgangsmåte ifølge krav 1 eller 2,
k a r a k t e r i s e r t v e d at hovedkatalysatoren
anvendes i en mengde av 0,1 - 5,0 vekt%, fortrinnsvis
0,1 - 2,0 vekt%, beregnet på mengden av alkoholen som skal
alkoxyleres, og at co-katalysatoren anvendes i en mengde
30 av 0,1 - 2,0 vekt%, fortrinnsvis 0,15 - 1,5 vekt%, og aller
helst 0,3 - 0,8 vekt%, beregnet på mengden av alkoholen.
4. Fremgangsmåte ifølge krav 1 - 3,
k a r a k t e r i s e r t v e d at det anvendes en
35 co-katalysator som er blitt forhåndsomsatt med hovedkataly-
satoren før alkoxyleringen.