

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

113 812

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 10.05.79 (P. 215524)

Pierwszeństwo: _____

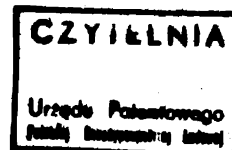
Zgłoszenie ogłoszono: 24.03.80

Opis patentowy opublikowano: 30.04.1982

Int. Cl.²

C07C 37/22

C07C 39/17



Twórcy wynalazku: Józef Góra, Julia Kubicz, Wiesław Szelejewski,
Władysław Brud, Mirosław Pilecki

Uprawniony z patentu tymczasowego: Politechnika Łódzka, Łódź;
Instytut Chemii Przemysłowej,
Warszawa (Polska)

Sposób wyodrębniania terpenofenoli z mieszaniny produktów alkilowania fenoli kamfenem

Przedmiotem wynalazku jest sposób wyodrębniania terpenofenoli z mieszaniny produktów alkilowania fenoli kamfenem.

Terpenofenole otrzymuje się na drodze reakcji alkilowania fenolu, gwajakolu, krezoli lub pirokatecholu kamfenem w obecności katalizatorów typu Friedela-Craftsa, najczęściej w obecności kompleksowych połączeń trójfluorku boru, trójchlorku glinu lub chlorku cynku. Wyodrębnienie terpenofenoli z mieszaniny poreakcyjnej polega głównie na neutralizacji i usunięciu katalizatora.

Dotychczas terpenofenole wyodrębnia się z mieszaniny poreakcyjnej w ten sposób, że mieszaninę poreakcyjną przemywa się wodnymi roztworami wodorotlenków metali alkalicznych, a następnie poddaje destylacji pod zmniejszonym ciśnieniem.

Znany sposób wyodrębniania terpenofenoli jest uciążliwy ze względu na tworzenie się trudnych do rozwarstwienia emulsji oraz ze względu na przechodzenie do warstwy wodnej znacznej części nieprzereagowanych fenoli, które przy prowadzeniu procesu na skalę przemysłową stanowią groźne zanieczyszczenie ścieków przemysłowych.

Sposób wyodrębniania terpenofenoli z mieszaniny produktów alkilowania fenoli kamfenem według wynalazku polega na tym, że mieszaninę produktów alkilowania fenoli uzyskaną w obecności katalizatorów Friedela-Craftsa rozcieńcza się 0,5–2-krotnym nadmiarem niepolarnego rozpuszczalnika z grupy aromatycznych lub alifatycznych węglowodorów, korzystnie benzenu, toluenu, ksylenów, eteru naftowego, cykloheksanu lub ich chloropochodnych o temperaturze wrzenia poniżej 150°C, a następnie prowadzi się adsorpcję użytego do reakcji alkilowania katalizatora stosując jako adsorbent zasadowy tlenek glinu, tlenek wapniowy, tlenek magnezu, mieszaninę tych tlenków lub szerokoporowaty żel krzemionkowy w ilości 10–20 części wagowych na 1 część wagową katalizatora użytego w procesie alkilowania. Adsorpcję prowadzi się w temperaturze 40–80°C, korzystnie 50–60°C przepuszczając mieszaninę poreakcyjną przez kolumnę wypełnioną adsorbentem. Po zaadsorbowaniu katalizatora, odparowuje się z mieszaniny poreakcyjnej rozpuszczalnik, a następnie w znany sposób przez destylację pod zmniejszonym ciśnieniem wydziela się terpenofenole.

Adsorpcję katalizatora w sposobie według wynalazku prowadzi się również przez wytrząsanie mieszaniny poreakcyjnej z adsorbentem, który po zakończeniu adsorpcji katalizatora oddziela się za pomocą filtracji.

Sposób według wynalazku zapewnia całkowite usunięcie z mieszaniny produktów alkilowania katalizatorów stosowanych w procesie alkilowania, a ponadto prawie całkowite odbarwienie mieszaniny poreakcyjnej, co znacznie upraszcza proces destylacji terpenofenoli i zmniejsza ilość pogonów pozostałych po tej destylacji. Sposób ten może być z powodzeniem stosowany w warunkach przemysłowych, gdyż nie powoduje szkodliwego dla środowiska naturalnego zanieczyszczenia ścieków.

Sposób według wynalazku ilustrują bliżej podane niżej przykłady.

Przykład I. 560 g mieszaniny poreakcyjnej uzyskanej w procesie alkilowania 282 g fenolu 272 g kamfenu w obecności 6 g kompleksowego połączenia trójfluorku boru z kwasem octowym, oziębiono do temperatury 50°C i dodano 400 g cykloheksanu. Następnie mieszaninę produktów alkilowania przepuszczano w temperaturze 55°C przez kolumnę wypełnioną 80 g tlenku wapniowego. Po zakończeniu adsorpcji oddestylowano cykloheksan, a pozostałość poddano destylacji pod zmniejszonym ciśnieniem odbierając kolejno frakcje: przedgonu o temperaturze wrzenia $60\text{--}150^{\circ}\text{C}$ przy ciśnieniu $2,7 \cdot 10^2$ Pa, a następnie frakcje terpenofenoli o temperaturze wrzenia $160\text{--}170^{\circ}\text{C}$ przy ciśnieniu $1,33 \cdot 10^2$ Pa w ilości 379 g, co stanowiło 87% wydajności teoretycznej. Produkt charakteryzował się $n_D^{20} = 1,5019$ i $d_4^{20} = 1,1200$.

Przykład II. 325 g mieszaniny poreakcyjnej uzyskanej w procesie alkilowania 185 g gwajakolu 136 g kamfenu w obecności 4 g 40% eteratu trójfluorku boru, oziębiono do temperatury 60°C i dodano 300 g toluenu oraz 40 g sproszkowanego zasadowego tlenku glinu.

Następnie całość mieszano w temperaturze 60°C w ciągu 30 minut, po czym po odsączeniu z mieszaniny poreakcyjnej adsorbentu, przemyto ją 100 g toluenu. Z przesączu oddestylowano toluen, a pozostałość destylowano pod zmniejszonym ciśnieniem odbierając kolejno frakcje: przedgonu o temperaturze wrzenia $90\text{--}100^{\circ}\text{C}$ przy ciśnieniu $3,3 \cdot 10^2$ Pa a następnie frakcje terpenogwajakoli o temperaturze wrzenia $169\text{--}175^{\circ}\text{C}$ przy ciśnieniu $2,7 \cdot 10^2$ Pa w ilości 218 g, co stanowiło 85% wydajności teoretycznej. Produkt charakteryzował się $n_D^{20} = 1,5426$ i $d_4^{20} = 1,2390$.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wyodrębniania terpenofenoli z mieszaniny produktów alkilowania fenoli kamfenem, znamienny tym, że mieszaninę produktów alkilowania fenoli uzyskaną w obecności katalizatorów typu Friedela-Craftsa rozcieńcza się 0,5–2-krotnym nadmiarem niepolarnego rozpuszczalnika z grupy aromatycznych lub alifatycznych węglowodorów, korzystnie benzenu, toluenu, ksylenów, eteru naftowego, cykloheksanu lub ich chloropochodnych o temperaturze wrzenia poniżej 150°C , a następnie w temperaturze $40\text{--}80^{\circ}\text{C}$, korzystnie $50\text{--}60^{\circ}\text{C}$ prowadzi się adsorpcję stosowanego do reakcji alkilowania katalizatora stosując jako adsorbent zasadowy tlenek glinu, tlenek wapniowy, tlenek magnezu, mieszaninę tych tlenków lub szerokoporowaty żel krzemionkowy w ilości 10–20 części wagowych na 1 część wagową katalizatora użytego w procesie alkilowania, a po zakończeniu adsorpcji i odparowaniu rozpuszczalnika wydziela się terpenofenole w znany sposób przez destylację pod zmniejszonym ciśnieniem.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że adsorpcję katalizatora stosowanego w procesie alkilowania prowadzi się przepuszczając mieszaninę produktów alkilowania przez kolumnę wypełnioną adsorbentem.

3. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że adsorpcję katalizatora stosowanego w procesie alkilowania prowadzi się przez wytrząsanie mieszaniny produktów alkilowania z adsorbentem, który po zakończeniu adsorpcji katalizatora oddziela się za pomocą filtracji.