

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

75139

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr _____

Kl. 12o,25

Zgłoszono: 13.03.1972 (P. 154048)

Pierwszeństwo: _____

MKP C07c 49/48

Zgłoszenie ogłoszono: 31.05.1973

Opis patentowy opublikowano: 28.02.1975

Twórcy wynalazku: Helmut Matyschok, Barbara Kania

Uprawniony z patentu tymczasowego: Politechnika Wrocławska, Wro-
cław (Polska)

Sposób otrzymywania izoforonu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania izoforonu przez kondensację acetonu lub tlenku mezytylu lub ich mieszaniny w fazie ciekłej.

Znane sposoby otrzymywania izoforonu polegają na przepuszczaniu par acetonu w temperaturze 200—400°C pod ciśnieniem normalnym lub podwyższonym przez warstwę katalizatora, którym są tlenki lub wodorotlenki ziem alkalicznych lub glinu, żelaza, chromu, albo ogrzewaniu acetonu w homogenicznej fazie ciekłej w temperaturze 150—220°C pod ciśnieniem 10—30 atm w obecności wodnych roztworów wodorotlenków metali alkalicznych.

Wadą sposobów kondensacji w fazie parowej jest stosowanie wysokiej temperatury, w wyniku czego otrzymuje się duże ilości produktów wyżej skondensowanych i niską wydajność izoforonu.

Wadą znanych sposobów kondensacji w fazie ciekłej jest konieczność stosowania wysokiej temperatury i podwyższonego ciśnienia.

Celem wynalazku jest usunięcie niedogodności znanych metod zaś zadaniem technicznym opracowanie sposobu syntezy izoforonu pozwalającego na prowadzenie procesu w niskiej temperaturze w fazie ciekłej pod normalnym ciśnieniem.

Zadanie to zostało osiągnięte przez przepuszczanie acetonu lub tlenku mezytylu lub ich mieszaniny przez warstwę silnie zasadowego wymiennicza jonowego w formie wodorotlenowej w temperaturze 50—55°C z prędkością 8,0—3,0 ml/min. I wymiennicza, co odpowiada czasowi kontaktu surowca

2

z wymienniczem 40—100 minut. Po kilkukrotnym zawróceniu nieprzereagowanego surowca mieszaninę poreakcyjną rozdziela się w znany sposób.

Zasadniczą korzyścią techniczną wynikającą ze stosowania sposobu według wynalazku jest możliwość prowadzenia procesu w niskiej temperaturze i normalnym ciśnieniu przy wydajności 30—70%.

Sposób otrzymywania izoforonu według wynalazku jest objaśniony w przykładach wykonania.

Przykład I. 200 ml acetonu ogrzewa się w kolbie do wrzenia i wytworzone pary po skropleniu w chłodnicy przepuszcza się z prędkością 3,0 ml/min. I wymiennicza przez warstwę 220 ml spęczniałego w acetonie anionitu w formie wodorotlenowej umieszczonego w kolumnie. Temperaturę w kolumnie utrzymuje się na poziomie 50—55°C. Proces kończy się po osiągnięciu w kolbie 95—100°C co trwa 17—18 godzin. W wyniku rozdestylowania mieszaniny ogólnie znanymi sposobami uzyskuje się aceton — 1,0 g, woda — 8,5 g, tlenek mezytylu — 32,5 g, alkohol dwuacetonowy — 38,0 g izoforon — 36,5 g, pozostałość 10,0 g, co odpowiada stopniowi przereagowania acetonu 99,0% i wydajności izoforonu 28,9% w stosunku do wydajności teoretycznej.

Przykład II. 200 ml tlenku mezytylu ogrzewa się w kolbie do wrzenia i wytworzone pary po skropleniu w chłodnicy przepuszcza się z prędkością 5,0 ml/min. I wymiennicza przez warstwę 220 ml spęczniałego w acetonie anionitu Kastel A500P w formie wodorotlenowej umieszczonego w kolumnie.

3

Temperaturę w kolumnie utrzymuje się na poziomie 50—55°C. Proces kończy się po osiągnięciu w kolbie temperatury 135°C, co trwa 20—21 godzin. W wyniku rozdestylowania mieszaniny ogólnie znanymi sposobami uzyskuje się 6,5 g acetonu, 0,5 g wody, 61,0 g tlenku mezytylu, 44,0 g alkoholu dwuacetonowego, 40,8 g izoforonu i 20,3 g pozostałości, co odpowiada stopniowi przereagowania tlenku mezytylu 67,1% i wydajności izoforonu 51,9% w stosunku do wydajności teoretycznej.

Przykład III. 200 ml mieszaniny o składzie 78 ml acetonu i 122 ml tlenku mezytylu odpowiadającym stosunkowi molowemu acetonu do tlenku mezytylu 1:1, ogrzewa się w kolbie do wrzenia i wytworzone pary po skropleniu w chłodnicy przepuszcza się z prędkością 8,0 ml/min.1 wymienniczą przez warstwę 220 ml spęczniałego w acetonie anionitu w formie wodorotlenowej umieszczonego w kolumnie. Temperaturę w kolumnie utrzymuje się na poziomie 50—55°C. Proces kończy się

4

po osiągnięciu w kolbie temperatury 116,5°C co trwa 21,1 godziny. W wyniku rozdestylowania mieszaniny ogólnie znanymi sposobami uzyskuje się 11,2 g acetonu, 0,5 g wody, 61,5 g tlenku mezytylu, 28,8 g alkoholu dwuacetonowego, 22,0 g izoforonu i 13,3 g pozostałości, co odpowiada stopniowi przereagowania acetonu 85,6% a tlenku mezytylu 41,6% i wydajności izoforonu w stosunku do przereagowanego tlenku mezytylu 72,2%, a w stosunku do przereagowanego acetonu 57,0%.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania izoforonu na drodze kondensacji acetonu lub tlenku mezytylu lub ich mieszaniny **znamienny tym**, że aceton lub tlenek mezytylu lub ich mieszaninę przepuszcza się przez warstwę silnie zasadowego wymienniczą jonowego w formie wodorotlenowej z prędkością 8,0—3,0 ml/min.1 wymienniczą pod normalnym ciśnieniem w temperaturze 50—55°C a produkt reakcji wydziela się przez destylację w znany sposób.