

20 grudnia 1929 r.

C 07 C 37/20

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIIS PATENTOWY

Nr 10943.

Kl. 12 q 20.

Schering-Kahlbaum A. G.
(Berlin, Niemcy).

Sposób otrzymywania alkiłowanych fenoli.

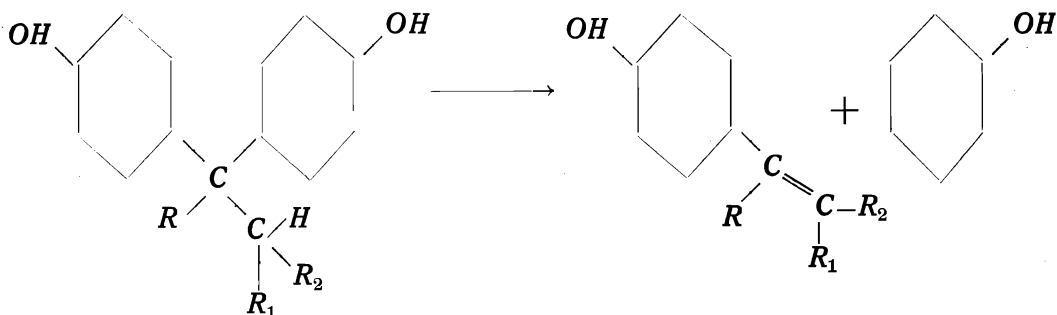
Zgłoszono 11 lipca 1928 r.

Udzielono 23 sierpnia 1929 r.

Pierwszeństwo: 18 października 1927 r. dla zastr. 1; 26 stycznia 1928 r. dla zastr. 2, 3 (Niemcy).

Pochodne dwuoksy - dwufenylometanu, które np. można otrzymać zapomocą kondensacji aldehydów i ketonów z fenolami, u-

legają przy ogrzewaniu w temperaturze wyższej rozkładowi w myśl następującego schematu



przyczem R_1 i R_2 oznaczają wodór, alkyl lub aryl. Otrzymuje się więc nienasycony w łańcuchu bocznym fenol, przyczem

natura łańcucha bocznego zależy od użytego do kondensacji związku karbonylowego. Skoro to rozszczepianie termiczne

przewodzący w obecności katalizatora uwodorniającego i wodoru, natenczas udaje się, szczególnie łatwo będące in statu nascendi nienasycone fenole przeprowadzić przez przyłączenie wodoru w odpowiednio nasycone fenole.

Skoro przyłączanie wodoru prowadzić jeszcze dalej aż do uwodornienia pierścienia, natenczas obok cykloheksanolu i cykloheksanonu otrzymuje się alkiylowane cykloheksanole obok odpowiednich alkiylowanych cykloheksanonów.

Sposób ten daje się przeprowadzić jeszcze korzystniej, skoro pracę prowadzić w obecności katalizatorów powierzchniowych. Podobnymi katalizatorami są ziemie bielące, jakie pod nazwą frankonitu, tonsylu lub innym znakiem sprzedażnym znajdują się na rynku, ziemia okrzemkowa, diatomit, żel krzemowy i podobne materiały. Stosując wymienione połączenia, można uwodorniać w temperaturze znacznie niższej. Dodatek katalizatora powierzchniowego w ilości 0,51% do substancji podlegającej uwodornianiu wystarcza do przeprowadzenia rozszczepiania i jednoczesnego uwodornienia. Można również stosować katalizator, zawierający osadzony na katalizatorze powierzchniowym metal lub związek metalu, który działa katalitycznie na uwodornienie.

Zwykle wystarcza temperatura do 150°C, skoro jednak zechce się prowadzić uwodornienie dalej aż do uwodornienia pierścienia, natenczas korzystnie jest podwyższyć temperaturę do 170 — 180°C. Szczególnie nadaje się do prowadzenia tej reakcji dający się otrzymać według patentu Nr 10 343 4.4'-dwumetylo-2.2'-dwuoksydwufenylodwumetylometan.

Przykład I. 4.4'-dwuoksydwufenylodwumetylometan w obecności 3% (w stosunku do jego wagi) zwykłego katalizatora uwodorniającego obrabia się w temperaturze 250°C — 280°C wodorem pod ciśnieniem dopóty, dopóki nie zostaną przyłączone

dwa atomy wodoru. Z produktu kondensacji można wydzielić zapomocą destylacji frakcyjnej para-izopropylfenol i fenol.

Przykład II. 4.4'-dwumetylo-2.2'-dwuoksydwufenylodwumetylometan obrabia się wodorem, jak w przykładzie I, w temperaturze 215—220°C dopóty, dopóki nie zostaną przyłączone dwa atomy wodoru. Z produktu reakcji można otrzymać tymol i meta-krezol.

Przykład III. 4.4'-dwumetylo-2.2'-dwuoksydwufenylodwumetylometan po dodaniu 3% zwykłego katalizatora uwodorniającego i 1/2% tonsylu obrabia się wodorem pod ciśnieniem w temperaturze 140 — 150°C dopóty, dopóki nie zostaną przyłączone dwa atomy wodoru. Z produktu reakcji można wydzielić zapomocą destylacji frakcyjnej para-izopropylfenol i fenol.

Przykład IV. 4.4'-dwumetylo-2.2'-dwuoksydwufenylodwumetylometan obrabia się, jak w przykładzie III, w temperaturze 130 — 140° wodorem w obecności frankonitu, na którym jest osadzony katalizator nikiel-kobalt-miedź. Otrzymuje się tymol i meta-krezol.

Przykład V. 4.4'-dwydrooksydwufenylodwumetylometan obrabia się w obecności 3% (w stosunku do jego wagi) zwykłego katalizatora uwodorniającego wodorem pod ciśnieniem w temperaturze 250—280°C dopóty, dopóki nie ustanie przyłączanie się wodoru. Z produktu reakcji można wydzielić zapomocą destylacji frakcyjnej obok cykloheksanolu i cykloheksanonu 4-izopropylcykloheksanol i 4-izopropylcykloheksanon.

Przykład VI. 4.4'-dwumetylo-2.2'-dwydrooksydwufenylodwumetylometan obrabia się, jak w przykładzie V, wodorem w temperaturze 215 — 220°. Otrzymuje się mieszaninę rozmaitych stereoizomerycznych mentoli i mentonów z 3-metylocykloheksanolem i 3-metylocykloheksanem.

Przykład VII. 4.4'-dwydrooksydwu-

fenylodwumetylometan po dodaniu 3% zwykłego katalizatora uwodorniającego i 1/2% tonsylu obrabia się wodorem w temperaturze 170 — 180°C dopóty, dopóki nie ustanie przyłączanie się wodoru. Z produktu reakcji można wydzielić zapomocą frakcyjnej destylacji 4-izopropylcykloheksanon i cykloheksanol obok nieznacznych ilości 4-izopropylcykloheksanonu i cykloheksanonu.

Przykład VIII. Prowadząc reakcję przykładu IV w sposób właściwy w temperaturze nieco wyższej (180°) do całkowitego uwodornienia pierścienia, natenczas otrzymuje się mieszaninę rozmaitych stereoizomerycznych mentoli i mentonów z 3-metylo-cyklo-heksanolem i 3-metylo-cykloheksanolem.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób otrzymywania alkiłowa-

nych fenoli i ich produktów uwodornienia, znamienny tem, że pochodne dwuoksydwufenylometanu obrabia się wodorem w temperaturze wyższej od temperatury ich rozkładu w obecności katalizatora uwodorniającego.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że rozszczepianie i uwodornianie skutecznia się w obecności katalizatora powierzchniowego.

3. Sposób według zastrz. 2, znamienny tem, że stosuje się katalizator powierzchniowy na którym jest osadzony katalizator uwodorniający.

4. Sposób otrzymywania tymolu, znamienny tem, że 4.4'-dwumetylo-2.2'-dwo-oksdywufenylodwumetylometan obrabia się według zastrz. 1 — 3.

Schering - Kahlbaum A. G.

Zastępca: K. Czempiński,
rzecznik patentowy.