

Warszawa, 31 października 1935 r.

URZĄD PATENTOWY



6070 47/18

BIBLIOTEKA

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ OPIS PATENTOWY

Nr 22045.

Kl. 12 o, 7/03.

The Distillers Company Limited
(Edinburgh, Wielka Brytania),
John Vargas Eyre
(Epsom, Wielka Brytania)
i Herbert Langwell
(Epsom, Wielka Brytania).

Sposób wytwarzania produktów kondensacji aldolów.

Zgłoszono 5 grudnia 1933 r.

Udzielono 27 sierpnia 1935 r.

Pierwszeństwo: 6 grudnia 1932 r. (Wielka Brytania).

Wynalazek dotyczy wytwarzania produktów kondensacji aldolów.

Zwykle przy wytwarzaniu produktów kondensacji z aldehydów stosuje się specjalne środki ostrożności, aby zapobiec powstawaniu produktów, złożonych z więcej niż 2 cząsteczek aldehydu. Takim procesem kondensacji jest np. wytwarzanie aldolu, aldehydu krotonowego oraz etylopropyloakroleiny. Wyższe polimery mają zwykle charakter żywicowaty, a ich powstawanie uważano dotychczas za dowód, że reakcja jest nieopanowana.

Zgodnie z wynalazkiem wytwarza się produkty kondensacji aldolu, stosując, jako materiał wyjściowy, aldol, rozcieńczony wodą, najlepiej wodą odpadkową z poprzedniej kondensacji, i traktując go stężonym ługiem, użytym w ilości, wystarczającej tylko do utrzymania w mieszaninie podczas reakcji odczynu ściśle alkalicznego wobec fenoloftaleiny. Po skończonej reakcji oddziela się od wody produkt kondensacji albo większą jego część. Przy użyciu acetaldołu, jako materiału wyjściowego, produkt kondensacji jest pomarań-

czową cieczą o średniej wielkości cząsteczek, odpowiadającej w przybliżeniu C_{12} . Alkalja można już na początku dodać w takiej ilości, by odczyn alkaliczny zachować w ciągu całej reakcji; można też dodawać alkaliów w razie potrzeby potrochu w czasie trwania reakcji.

Stadium kondensacji można określić, oznaczając np. metodą hydroksyloaminową liczbę wolnych grup karbonylowych (CO), istniejących w pewnej chwili w mieszaninie.

Stadium, w którym produkt kondensacji zaczyna się wydzielać, jako dolna warstwa płynu, nierozpuszczalnego w górnej warstwie wodnej, można osiągnąć w ciągu kilku minut albo w ciągu kilku dni, zależnie od stosowanej temperatury i stopnia alkaliczności, gdyż szybkość reakcji wzrasta z temperaturą oraz stężeniem alkaliów. Temperatura może się zmieniać od pokojowej do 45°C lub wyżej, a stężenie roztworu alkaliów może się wahać od bardzo słabego aż do 30%-owego lub nawet większego.

Przy użyciu np. 6,8 litra handlowego acetaldołu rozcieńcza się aldol ilością wody, stanowiącą około połowy jego objętości, t. j. około 3,4 litra i dodaje $35 \div 40$ gramów wodorotlenku sodowego w postaci 30%-owego wodnego roztworu. Mieszaninę ogrzewa się do 45° , poczem rozpoczyna się kondensacja, która kończy się w ciągu około 4 godz. Reakcja jest egzotermiczna, wskutek czego należy baczyć, by temperatura nie wzrosła ponad podaną. Po odstaniu się mieszaniny wydziela się pomarańczowa ciecz, ponad którą znajduje się górna warstwa wodna. Warstwę wodną można spuścić i zastosować jako wodę dodatkową do dalszej reakcji, unikając w ten sposób straty niecałkowicie przereagowanego materiału, pozostałego w tej warstwie.

Analiza cieczy pomarańczowej w opisanym powyżej przypadku szczególnym dała wyniki następujące:

wolnej wody	14%	} po wysuszeniu w próżni
węgla	62,0	
wodoru	8,8	
tłenu	29,2	

Ilość węgla i tlenu, występujących w postaci grupy karbonylowej, wynosiła od 10,4% do 12,2%. Średnia wielkość cząsteczki odpowiadała w przybliżeniu C_{12} .

Acetaldoł, stosowany jako materiał wyjściowy, można otrzymywać np. przez kondensację aldehydu octowego.

Zamiast acetaldołu można stosować inne aldole albo mieszaniny aldoli.

Jak zaznaczono powyżej, produkty, otrzymane opisanym sposobem, można stosować jako takie, np. jako produkty, wytwarzające pianę, albo jako materiał wyjściowy do dalszych przemian.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania produktów kondensacji aldolów, znamienny tem, że aldol, rozpuszczony w wodzie, traktuje się stężonemi alkalijskimi w ilości, wystarczającej tylko do utrzymania w mieszaninie podczas reakcji odczynu ściśle alkalicznego względem fenoloftaleiny, poczem produkt kondensacji oddziela się od wody.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że w celu przyspieszenia reakcji podnosi się temperaturę lub zwiększa stężenie roztworu alkalicznego.

3. Sposób według zastrz. 1, 2, znamienny tem, że do rozcieńczania aldolu stosuje się zamiast wody warstwę wodną, oddzieloną w poprzednim procesie kondensacji.

The Distillers Company
Limited.

John Vargas Eyre.
Herbert Langwell.

Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.