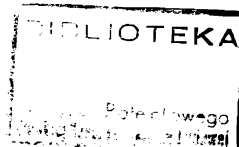


30 sierpnia 1929 r.

URZĄD PATENTOWY



C07C 39/06



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIŚ PATENTOWY

Nr 10343.

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

Kl. 12 q 14.

Sposób otrzymywania nowego rodzaju produktów kondensacji z *m*-krezolu i acetonu.**Patent dodatkowy do patentu Nr 8917.**

Zgłoszono 18 października 1927 r.

Udzielono 24 kwietnia 1929 r.

Pierwszeństwo: 14 lipca 1927 r. dla zastrz. 1; 1 sierpnia 1927 r. dla zastrz. 2;
10 października 1927 r. dla zastrz. 3, 4 (Niemcy).

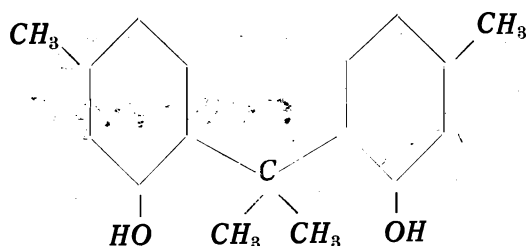
Najdłuższy czas trwania patentu do 15 maja 1943 r.

W patencie głównym Nr 8917 opisano sposób, zapomocą którego z *m*- i *p*-krezolu i ketonów otrzymuje się produkty kondensacji, będące polimerami nienasyconych w łańcuchu bocznym fenolów. Te ostatnie, w przeciwieństwie do otrzymanych przez Gaebel'a (Dissertation Marburg 1903) produktów kondensacji, zawierają atom tlenu w postaci grupy hydroksylowej.

Wykryto nadspodziewanie, że kondensacja *m*-krezolu i acetonu w zmienionych warunkach pracy prowadzi do trzeciego rodzaju produktu o wzorze empirycznym

$C_{17}H_{20}O_2$, którego oba atomy tlenu znajdują się w grupach hydroksylowych. W celu otrzymania nowych produktów kondensacji, tę ostatnią prowadzi się w temperaturze zwykłej, baczając, aby nie nastąpiło nagłe ogrzewanie. Można to osiągnąć zapomocą ochładzania lub zmniejszenia stężenia środka kondensującego lub odpowiedniego rozpuszczalnika.

Nowemu produktowi kondensacji, służącemu jako produkt pośredni przy otrzymywaniu tymolu, mentolu i innych produktów farmaceutycznych, należy przypisać najprawdopodobniej następujący wzór:



czyli wzór pochodnej dwufenylometanu.

Wykryto ponadto, że do mieszaniny reakcyjnej korzystnie jest dodać środków wiążących wodę lub stosować środki kondensacyjne, któreby same mogły związać wytwarzającą się podczas reakcji wodę.

Dzięki tym środkom, udało się reakcję, która będąc prowadzona w warunkach opisanych powyżej po pewnym czasie ustaje wskutek rozcieńczenia wodą reakcyjną, prowadzić dalej i zwiększyć znacznie wydajność nowego ciała.

Jako środki wiążące wodę wchodzi w grę stosowane zwykle do rozpuszczalników organicznych środki osuszające, o ile w warunkach doświadczenia nie reagują z *m*-krezolem i nie rozpuszczają się w acetonie, lub też bezwodniki kwasowe; jako środki kondensacyjne w myśl niniejszego wynalazku daje się stosować np. tlenochlorek fosforu lub bezwodne chlorki, jako to chlorek glinowy.

Okazało się następnie, że kondensację korzystnie jest prowadzić w temperaturze jeszcze niższej, ochładzając mieszaninę reakcyjną np. lodem lub mieszaniną oziębiającą. Stosując kwas solny w stanie gazowym, korzystnie jest podlegające kondensacji składniki nasycić kwasem solnym oddzielnie, poczem je ochłodzić znacznie i dopiero wtedy zmieszać ze sobą.

Dzięki tym warunkom reakcji można osiągnąć znaczne zwiększenie wydajności.

Przykład I. Aceton i nieznaczny nadmiar *m*-krezolu nasycy się w temperaturze zwykłej gazowym kwasem solnym, zapobiegając starannem ochładzaniem jakiegokolwiek bądź samonagrzaniu. Po kilku-

godzinnem odstawianiu się kwas solny wymywa się wodą. Nowy związek wykrytalizowuje się podczas ochładzania z nadmiaru *m*-krezolu i po przekrystalizowaniu się z alkoholu topi się w temperaturze 131/132°; jego pochodna dwuacetylowa, po kilkukrotnem przekrystalizowaniu z umiarkowaniem rozcieńczonego alkoholu, topi się w temperaturze 84 — 85°.

Przykład II. Do pewnej ilości acetonu i *m*-krezolu (ten ostatni w nieznacznym nadmiarze) wprowadza się 2% w stosunku do ich ciężaru kwasu solnego w postaci gazu. Po kilkugodzinnem odstaniu w temperaturze zwykłej, kwas solny wymywa się i nadmiar *m*-krezolu odpędza w próżni. Pozostaje ciało krzepnące na masę krystaliczną, które jest identyczne z ciałem otrzymanem w przykładzie I.

Przykład III. Częsteczkowe ilości *m*-krezolu i acetonu nasycy się, ochładzając kwasem solnym w stanie gazowym, poczem dodaje się nadmiar bezwodnego siarczanu magnezowego i, mieszając energicznie, pozostawia w ciągu kilku godzin w temperaturze od 0 do 10°. Tworzy się gąszcz, który po wymyciu kwasu solnego i siarczanu magnezowego krzepnie na masę krystaliczną.

Przykład IV. Częsteczkowe ilości *m*-krezolu i acetonu zadaje się, ochładzając i mieszając, nieznacznym nadmiarem tlenochloru fosforu.

Po kilkugodzinnem odstaniu w chłodzie nowe ciało zaczyna się wydzielać.

Dalszą przeróbkę prowadzi się jak w przykładzie III.

Przykład V. Aceton i nieznaczny nadmiar *m*-krezolu nasycy się, ochładzając dokładnie od 0° do — 5°, gazowym kwasem solnym i w temperaturze tej utrzymuje, mieszając, w ciągu kilku godzin. Po wymyciu kwasu solnego wodą pozostałość krzepnie na gąszcz krystaliczny, z którego następnie oddziela się nowy związek.

Przykład VI. Równoważne ilości czę-

steczkowe acetonu (1 cząsteczka gramowa) i *m*-krezolu (2 cząsteczki gramowe) nasycą się każde oddzielnie, gazowym kwasem solnym, poczem ochładza starannie i dodaje jedno do drugiego. Dalszą przeróbkę prowadzi się jak w przykładzie V.

Przykład VII. Ilości cząsteczkowe *m*-krezolu (2 cząsteczki gramowe) i acetonu (1 cząsteczka gramowa) nasycą się, ochładzając bardzo mocno, gazowym kwasem solnym, poczem dodaje nadmiaru bezwodnego siarczanu magnezowego i mieszaninę reakcyjną utrzymuje, mieszając w ciągu kilku godzin w temperaturze poniżej 0°. Dalszą przeróbkę uskutecznia się, jak w w przykładzie V.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób otrzymywania nowego rodzaju produktów kondensacji z *m*-krezolu i acetonu, znamienny tem, że kondensację według patentu Nr 8917 prowadzi się w

temperaturze zwykłej, zapobiegając samonagrzewaniu.

2. Odmiana sposobu według zastrz. 1, znamienna tem, że kondensację prowadzi się w obecności środków wiążących wodę lub stosuje takie środki kondensacyjne, które ze swej strony mogą związać wodę reakcyjną.

3. Odmiana sposobu otrzymywania nowego produktu kondensacji z *m*-krezolu i acetonu według zastrz. 1 i 2, znamienna tem, że kondensację prowadzi się w chłodzie.

4. Odmiana sposobu według zastrz. 3, znamienna tem, że każdy ze składników kondensacji nasycą się gazowym kwasem solnym oddzielnie, ochładza mocno, poczem dopiero miesza ze sobą.

Schering - Kahlbaum A. G.

Zastępca: M. Skrzykowski,
rzecznik patentowy.