

25 października 1929 r.

2

URZĄD PATENTOWY



C 07 c 39/18

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ OPIS PATENTOWY

Nr 10606.

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

Kl. 12 o 20.

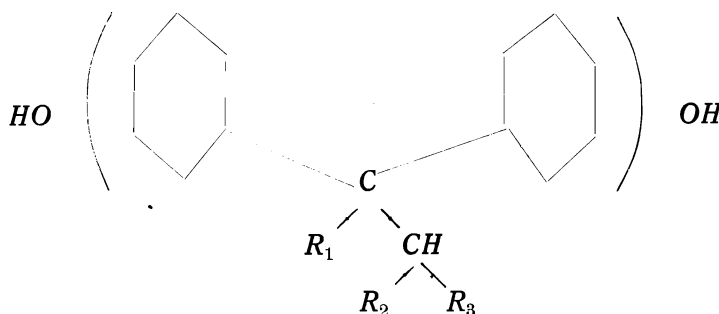
Sposób otrzymywania alkylowanych fenoli.

Zgłoszono 28 czerwca 1928 r.

Udzielono 5 czerwca 1929 r.

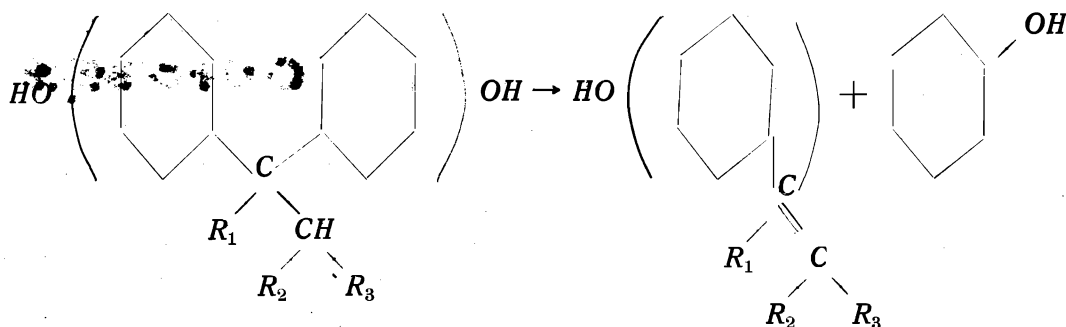
Pierwszeństwo: 14 lipca 1927 r. dla zastrz. 1; 25 stycznia 1928 r. dla zastrz. 2, 3 (Niemcy).

Pochodne dwuoksydwufenylometanu o wzorze ogólnym



w których R_1 , R_2 i R_3 oznaczają wodór, alkyl lub aryl i w których metanowy węgiel, tworzący mostek między dwoma pierścieniami bezenowymi, może być członem pierścieniowym i ponadto reszta fenylowa może być podstawiona jakąkolwiek bądź

grupą, rozkładają się przy ogrzewaniu w temperaturze wyższej niejednakowo łatwo, dając obok fenolu nienasycone w łańcuchu bocznym fenole w myśl następującego schematu:



Aby osiągnąć powyższy stopień rozkładu substancje rzeczzone należy ogrzać znacznie wyżej ich punktu wrzenia, przyczem reakcje poboczne natury pyrogenacyjnej lub polimeryzacja produktów rozkładu w wysokim stopniu obniżają wydajność.

Obecnie wykryto, że dający się otrzymać według patentu Nr 10343 z *m*-krezolu i acetonu w temperaturze niższej 4,4'-dwumetylo-2,2'-dwuoksydwufenylo-dwumetylometan rozszczepia się przy ogrzewaniu do 250° stosunkowo łatwo, dając 3-metylo-6-izopropylfenol.

Stosując katalizatory powierzchniowe, można obniżyć znacznie temperaturę rozkładu i dojść do temperatury takiej, w której nie mogą przebiegać reakcje poboczne, o których mowa powyżej. Jako katalizatory powierzchniowe nadają się ziemie białe, jak np. znajdujące się w sprzedaży pod nazwą tonsylu i frankonitu, ziemia orkrzemkowa, diatonit i t. d.

Sposób ten można urzeczywistnić rozmaicie. Można np. substancje w stanie stopionym pozostawić przez pewien czas z katalizatorem powierzchniowym w temperaturze niższej od punktu wrzenia produktów rozkładu, poczem te ostatnie można oddzielić od katalizatora i frakcjonować. Można również substancje rzeczzone ogrzewać do temperatury wyższej od punktu wrzenia produktów rozkładu, wskutek czego te ostatnie zostają ze stopu oddestylowane, poczem destylat można poddać frakcjonowaniu, przyczem niżej wrzący

fenol unosi ze sobą fenol podstawiony na podobieństwo destylacji z parą wodną. Jako trzecia postać wykonania wchodzi w grę stapianie w komorze z powietrzem rozrzedzonym, przyczem stopień rozrzedzenia winien być tak dobrany, aby punkt wrzenia produktów rozkładu znajdował się w pobliżu temperatury rozkładu, a to w tym celu, aby ciepło parowania produktów rozkładu nie odciągało od stopu takiej ilości ciepła, któraby uniemożliwiała utrzymywanie temperatury rozkładu.

Produkty otrzymane w myśl wynalazku niniejszego mogą służyć jako środki pachnące, dezynfekcyjne i jako produkty farmaceutyczne.

Przykład I. 4,4'-dwumetylo-2,2'-dwuoksydwufenylo-dwumetylometan ogrzewa się w naczyniu destylacyjnym do temperatury około 250°. Podczas ogrzewania odpędza się obok krezolu 3-metylo-6-izopropylfenol. Zapomocą frakcjonowania można oba związki z łatwością rozdzielić.

Przykład II. 4,4'-dwumetylo-2,2'-dwuoksydwufenylo-dwumetylometan ogrzewa się w obecności około 2% wagowych „tonsylu” w ciągu kilku godzin do 150°. Po oddzieleniu katalizatora frakcjonuje się; otrzymuje się obok *m*-krezolu 3-metylo-6-izopropylfenol.

Przykład III. 4,4'-dwumetylo-2,2'-dwuoksydwufenylo-dwumetylometan ogrzewa się w obecności 1% jego wagi frankonitu w próżni (80mm) do temperatury 130 — 150°. Oddestylowuje się pewna ilość *m*-kre-

zolu i 3-metylo-6-izopropylefenolu, który ewentualnie przed dalszą obróbką można poddać frakcjonowaniu.

Przykład IV. 4,4'-dwuoksydwufenylo-dwumetylometan ogrzewa się z 3% wagowymi tonsylu do 200 — 230°. Oddestylowuje się pewna ilość para-izopropenylofenolu z fenolem, który ewentualnie przed dalszą obróbką można poddać frakcjonowaniu.

Przykład V. 4,4'-dwuoksydwufenylo-metyloetylometan ogrzewa się w próżni (40 mm Hg) z 1% wagowym frankonitu w temperaturze około 220°. Otrzymuje się obok fenolu pewną ilość *p*-izobutenylofenolu.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób otrzymywania 3-metylo-6-izopropylefenolu, znamienny tem, że 4,4'-

dwumetylo-2,2'-dwuoksydwufenylo-dwumetylometan poddaje się rozszczepianiu za pomocą ciepła i produkty rozkładu rozdziela.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że rozszczepianie za pomocą ciepła 4,4'-dwumetylo-2,2'-dwuoksydwufenylo-dwumetylometanu prowadzi się w obecności katalizatorów powierzchniowych.

3. Sposób według zastrz. 2, znamienny tem, że rozszczepianiu za pomocą ciepła w obecności katalizatorów powierzchniowych poddaje się inne niż 4,4'-dwumetylo-2,2'-dwuoksydwufenylo-dwumetylometan pochodne dwuoksydwufenylo-metanu.

Schering-Kahlbaum A. G.

Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.