

25 stycznia 1929 r.

2



COT c 39/06

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIIS PATENTOWY

Nr 9654.

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

Kl. 12 q 14.

Sposób otrzymywania tymolu, jego izomerów i pochodnych i odnośnych produktów uwodornienia.

Zgłoszono 5 sierpnia 1927 r.

Udzielono 15 listopada 1928 r.

Pierwszeństwo: 16 sierpnia 1926 r. dla zastrz. 1, 3; 16 listopada 1926 r. dla zastrz. 2 (Niemcy).

Produkty kondensacji alkylowanych fenoli i ketonów, których otrzymywanie stanowi przedmiot patentu Nr 8917, dają się przeprowadzić nie ulegając rozszczepieniu (porównaj patent Nr 8918) zapomocą obróbki wodorem w obecności katalizatorów po przyłączeniu czterech atomów wodoru w tymol, względnie jego izomery i pochodne, po przyłączeniu zaś dalszych atomów wodoru (do 16) — w odnośne związki heksawodorowe. Korzystnie jest, obok zwykle stosowanych katalizatorów uwodorniających, dodać ponadto katalizatorów, które obniżają punkt rozszczepiania termicznego tak dalece, iż dla przyłączenia się wodoru osiąga się temperaturę optymalną. Katalizatorami tego rodzaju są np. fenolany metali.

Najkorzystniej postępuje się w ten sposób, iż produkty kondensacji alkylowanych fenoli i ketonów w obecności około 0,1% związków glinowych w stosunku do oczekiwanych fenoli nienasyconych (porównaj patent Nr 8918) i około 1% katalizatora niklowego obrabia się w autoklawie w temperaturze 180—190°C wodorem dopóki nie zostaną przyłączone cztery, względnie 16 atomów wodoru. Produkty rozkładu, otrzymane działaniem katalizatora glinowego w temperaturze reakcji, nadzwyczaj łatwo ulegają uwodornieniu. Z produktu reakcji dają się wydzielić w sposób zwykły tymol, względnie mentol lub ich izomery, względnie pochodne.

Rozszczepianie i jednoczesne uwodornianie produktów kondensacji przebiega

nadspodziewanie korzystnie, skoro stosować temperaturę wyższą od tej, jaką zwykle stosuje się przy podobnym uwodornianiu. Przy uwodornianiu fenoli, naftalenu i podobnych związków stosuje się co najwyżej temperatura 180°C. Skoro wspomniane produkty kondensacji w obecności katalizatorów i pod ciśnieniem zetknąć z wodorem i podnieść temperaturę do 280°C, natenczas cząsteczki rozszczepiają się z łatwością i jednocześnie uwodorniają się nienasycone łańcuchy boczne.

Przykład I. Opisane w patencie Nr 8917 produkty kondensacji *m*-krezolu i acetonu po dodaniu 0,1% 3-metylo-6-izopropylfenolanu glinowego i 1% katalizatora niklowego obrabia się wodorem, ewentualnie pod ciśnieniem, w temperaturze 180—190°C dopóty, dopóki nie zostaną przyłączone cztery atomy wodoru. Z produktu reakcji daje się oddzielić w sposób znany tymol.

Przykład II. Produkt kondensacji *p*-krezolu i acetonu (porównaj patent Nr 8917), obrabia się wodorem, jak w przykładzie I, po dodaniu 4-metylo-6-izopropylfenolanu glinowego i katalizatora glinowego. Otrzymuje się 4-metylo-6-izopropylfenol.

Przykład III. Produkt kondensacji *m*-krezolu i acetonu obrabia się, jak w przykładzie I, wodorem jednak dopóty, dopóki nie zostaną przyłączone 16 atomów wodoru. Otrzymuje się rozmaite stereoizomeryczne mentole.

Przykład IV. Wychodząc z produktów kondensacji *p*-krezolu i acetonu otrzymuje się, postępując jak w przykładzie II, z tą jednak różnicą, iż obróbkę prowadzi się do chwili przyłączenia się 16 atomów wodoru, mieszaniny stereoizomerycznych 4-metylo-6-izopropylcycloheksanoli.

Przykład V. Produkt kondensacji *m*-krezolu i acetonu, po dodaniu katalizatora

niklowego, obrabia się w temperaturze 280°C pod ciśnieniem wodorem do chwili przyłączenia czterech atomów wodoru. Otrzymuje się tymol.

Przykład VI. Obrabiając w sposób podobny produkt kondensacji *p*-krezolu i acetonu, otrzymuje się 4-metylo-6-izopropylfenol.

Przykład VII. Obróbkę wodorem, według przykładu V, prowadzi się dopóty, dopóki nie zostanie przyłączonych 16 atomów wodoru. Otrzymuje się mieszaninę rozmaitych stereoizomerycznych mentoli.

Przykład VIII. Produkt kondensacji *p*-krezolu i acetonu obrabia się, jak w przykładzie VII. Otrzymuje się mieszaninę stereoizomerycznych 4-metylo-6-izopropylcycloheksanoli.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób otrzymywania tymolu, jego izomerów lub pochodnych i produktów uwodornienia, znamienny tem, że otrzymywane według patentu Nr 8917 produkty kondensacji alkiłowanych fenoli i ketonów obrabia się w obecności katalizatorów wodorem do chwili przyłączenia czterech, względnie 16 atomów wodoru.

2. Postać wykonania sposobu według zastrz. 1, znamienna tem, że uwodornianie skutecznie się w temperaturze przewyższającej temperaturę zwykłą stosowaną przy uwodornieniu.

3. Postać wykonania sposobu według zastrz. 1, znamienna tem, że obok katalizatorów uwodorniających stosuje się ponadto katalizatory obniżające temperaturę rozkładu.

Schering-Kahlbaum A. G.
Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.