

**POLSKA  
RZECZPOSPOLITA  
LUDOWA**



**URZĄD  
PATENTOWY  
PRL**

# **OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO**

**115 703**

Patent tymczasowy dodatkowy  
do patentu nr \_\_\_\_\_

Zgłoszono: 10.12.79 (P.220304)

Pierwszeństwo: \_\_\_\_\_

Zgłoszenie ogłoszono: 06.10.80

Opis patentowy opublikowano: 30.04.1983

Int. Cl<sup>2</sup>. C07C 49/20

**CZYTELNIA**

Urzędu Patentowego  
Polskiej Republiki

**Twórcy wynalazku:** Józef Góra, Julia Gibka, Wiesław Szelejewski  
**Uprawniony z patentu tymczasowego:** Politechnika Łódzka, Łódź;  
Instytut Chemii Przemysłowej, Warszawa (Polska)

## **Sposób otrzymywania 5,6-dwumetylohepten-5-onu-2 z dwuacetylooctanu pinakolu**

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania 5,6-dwumetylohepten-5-onu-2 z dwuacetylooctanu pinakolu. 5,6-dwumetylohepten-5-on-2, zwany w dalszej części opisu dwumetyloheptenonem, jest kluczowym półproduktem w syntezie ironów, czyli związków wykazujących piękny zapach kwiatów fiołka.

Znany, z opisu patentowego RFN nr 1077209, sposób otrzymywania dwumetyloheptenonu polega na reakcji 1 mola pinakolu z 2 molami dwuketonu w obecności pirydyny lub innej aminy, przy czym otrzymany dwuacetylooctan pinakolu ogrzewany w wysokowrzących rozpuszczalnikach w obecności izopropanolanu glinowego ulega przemianie do dwumetyloheptenonu z wydajnością 80%. W czasopiśmie „Izwestia Akademii Nauk SSSR” 5, 1158, 1969, podano, że wydajność dwumetyloheptenonu otrzymanego w powyższy sposób wynosi tylko 15%, przy czym tworzą się znaczne ilości węglanu pianokolu. Przeprowadzone przez twórców wynalazku doświadczenie według recepty podanej w opisie patentowym RFN nr 1077209 wykazały, że dwumetyloheptenon tworzy się z wydajnością poniżej 30% obok znacznych ilości produktów ubocznych, a w szczególności węglanu pinakolu i orcynolu, które utrudniają wydzielenie finalnego produktu w stanie czystym.

Sposób wytwarzania dwumetyloheptenonu według wynalazku polega na tym, że otrzymany w znany sposób z pinakolu i dwuketonu dwuacetylooctan pinakolu przekształca się w dwumetyloheptenon w procesie ciągłej termicznej dekarboksylacji w temperaturze 190 – 250°C, korzystnie w temperaturze 210 – 220°C w czasie 10 – 90 sekund, w obecności katalizatora złożonego z izopropanolanu glinowego i chinoliny w środowisku wysokowrzących obojętnych rozpuszczalników, korzystnie oleju silikonowego. W sposobie według wynalazku stosuje się korzystnie na 100 części wagowych dwuacetylooctanu pinakolu 50 – 200 części wagowych obojętnego rozpuszczalnika, 0,5 – 10,0 części wagowych chinoliny oraz 0,1 – 5,0 części wagowych izopropanolanu glinowego. Stwierdzono, że stosowanie oddzielnie chinoliny lub izopropanolanu glinu jako katalizatora nie ogranicza skutecznie reakcji ubocznych i dwumetyloheptenon tworzy się z wydajnością poniżej 40%. Duży wpływ na wydajność dwumetyloheptenonu ma temperatura procesu pirolizy i czas przebywania substratów i produktów w wysokiej temperaturze, która sprzyja wtórnym reakcjom, prowadzącym do tworzenia się produktów ubocznych. Tylko ciągły proces przepływowy, zezwalający na ograniczenie czasu przebywania dwumetyloheptenonu w strefie wysokiej temperatury do kilkunastu sekund, zapewnia uzyskanie docelowego produktu z wydajnością ponad 60% wydajności teoretycznej.

Sposób według wynalazku wyjaśnia bliżej poniższy przykład nie ograniczając jego zakresu.

Przykład. 286 g dwuacetylooctanu pinakolu zmieszano z 200 g oleju silikonowego, 3 g chinoliny i 2,5 g izopropanolanu glinowego. Otrzymaną mieszaninę wkraplano w ciągu 20 minut do rury szklanej, ogrzewanej w piecu elektrycznym do temperatury 220 – 230°C. Czas przebywania mieszaniny reakcyjnej w strefie wysokiej temperatury wynosił 20 sekund. Z otrzymanego pirolizatu wydzielono dwumetyloheptenon przez destylację pod zmniejszonym ciśnieniem, odbierając frakcję o temperaturze wrzenia 70 – 72°C przy ciśnieniu 133,3 Pa w ilości 104 g /75%/ o następujących stałych fizykochemicznych:  $d_4^{20} = 0,8661$ ,  $n_D^{20} = 1,4514$ , widmo IR charakterystyczne pasma przy 1350 i 1710  $\text{cm}^{-1}$ . Według danych analizy chromatograficznej gazowej otrzymany produkt zawierał ponad 95% dwumetyloheptenonu.

#### Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania 5,6-dwumetylohepten-5-onu-2 z dwuacetylooctanu pinakolu, z n a m i e n n y t y m, że dwuacetylooctan pinakolu poddaje się ciągłej pirolizie w temperaturze 190 – 250°C, korzystnie w temperaturze 210 – 220°C, w czasie 10 – 90 sekund, w środowisku wysokowrzących rozpuszczalników organicznych, korzystnie w oleju silikonowym, w obecności katalizatora złożonego z chinoliny i izopropanolanu glinowego.

2. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że na 100 części wagowych dwuacetylooctanu pinakolu stosuje się 50 – 200 części wagowych wysokowrzącego rozpuszczalnika, 0,5 – 10,0 części wagowych chinoliny oraz 0,1 – 5,0 części wagowych izopropanolanu glinowego.

