

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

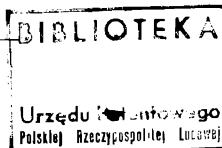
OPIS PATENTOWY

54997

Patent dodatkowy
do patentu

Zgłoszono: 18.II.1966 (P 113 003)

Pierwszeństwo:



Opublikowano: 25.V.1968 r.

Kl. 12 o, 5/03

MKP C 07 c, 35/04

UKD

Współtwórcy wynalazku: doc. dr Janusz Kulesza, mgr inż. Barbara Knobloch, dr inż. Józef Góra

Właściciel patentu: Politechnika Łódzka (Katedra Technologii Odżywek i Koncentratów) Łódź (Polska)

Sposób wytwarzania glikolu pinonowego

1

Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania glikolu pinonowego 2,2-dwumetylo-3-(1-hydroksyetylo)-1-(2-hydroksyetylo)-cyklobutanu.

Glikol pinonowy stanowi półprodukt do syntezy szeregu cennych związków zapachowych a ponadto może być użyty jako rozpuszczalnik i plastyfikator do tworzyw sztucznych.

Znane sposoby wytwarzania glikolu pinonowego polegają na redukcji wodorkiem litowoglinowym kwasu pinonowego. Sposoby te ze względu na stosowanie drogiego wodorku litowoglinowego oraz kłopotliwe operowanie tym odczynnikiem z powodu jego łatwopalności i wybuchowości nie mają większego praktycznego zastosowania.

Stwierdzono, że niedogodności tych nie ma sposób według wynalazku.

Według wynalazku glikol pinonowy wytwarza się na drodze katalitycznego uwodornienia aldehydu pinonowego. Proces uwodornienia przeprowadza się w obecności niklu Raneya lub katalizatorów chrominowych w temperaturze 70—150°C pod ciśnieniem 40—120 atm, względnie w obecności katalizatora palladowego lub platynowego w temperaturze 20—100°C i pod ciśnieniem 1—20 atm. W procesie uwodornienia użyć można rozpuszczalników organicznych takich jak alkohol etylowy lub eter naftowy.

W sposobie według wynalazku uwodornieniu ulegają obydwie grupy karbonylowe, natomiast

2

nie występuje wodoroliza pierścienia cyklobutanowego.

Czysty glikol pinonowy wyodrębnia się z produktu uwodornienia metodą destylacji pod zmniejszonym ciśnieniem. Otrzymany glikol pinonowy charakteryzuje się temperaturą wrzenia 128—129°C przy 3 mm słupa rtęci i współczynnikiem refrakcji n_D^{20} 1,4745—1,4755.

Wydajność glikolu pinonowego w sposobie według wynalazku wynosi 70—90% wydajności teoretycznej.

Niżej podany przykład wyjaśnia bliżej wynalazek nie ograniczając jego zakresu.

Przykład I. 336 g aldehydu pinonowego rozpuszczono w 300 g bezwodnego etanolu, dodano 40 g niklu Raneya i uwodorniono pod ciśnieniem początkowym 120 atm w temperaturze 110°C w ciągu 8 godzin. Pod koniec procesu uwodornienia podwyższono temperaturę do 140°C. Z mieszaniny reakcyjnej wyodrębniono glikol pinonowy przez destylację pod zmniejszonym ciśnieniem zbierając frakcję o temperaturze wrzenia 153—154°C przy 10 mm Hg w ilości 289 g co stanowi 86% wydajności teoretycznej, o współczynniku refrakcji n_D^{20} 1,4750.

Przykład II. 336 g aldehydu pinonowego rozpuszczono w 400 ml eteru naftowego, dodano 9 g czerni platynowej i uwodorniono pod ciśnieniem początkowym 10 atm w temperaturze 22°C, podnosząc temperaturę pod koniec procesu do

60°C. Z mieszaniny reakcyjnej wyodrębniono glikol pinonowy analogicznie jak w przykładzie 1 w ilości 301 g, co stanowi 89% wydajności teoretycznej.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania glikolu pinonowego na drodze katalitycznego uwodornienia aldehydu pi-

nonowego **znamienny tym**, że uwodornienie prowadzi się w obecności niklu Raneya lub katalizatorów chrominowych w temperaturze 70—150°C pod ciśnieniem 40—120 atm lub w obecności katalizatorów palladowych lub platynowych w temperaturze 20—100°C pod ciśnieniem 1—20 atm, a otrzymany glikol pinonowy wyodrębnia się z produktów uwodornienia przez destylację pod zmniejszonym ciśnieniem.