



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU 197 351

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(61)

(23) Výstavní priorita

(22) Přihlášeno 25 06 65

(21) PV 4098-65

(11) (B 1)

(51) Int. Cl.³ G 07 C 39/06

(40) Zveřejněno

(45) Vydáno 15 08 83

(75)

Autor vynálezu

VODÁK ZDENĚK dr., PROCHÁZKA LUBOMÍR ing., ÚSTÍ NAD LABEM,

CHUCHLA JOSEF ing., ÚVALY a JELÍNEK LADISLAV, OKROUHLIČTÍ DVOŘÁCI

(54)

Způsob přípravy cykloalkylfenolů, majících vlastnosti baktericidní a schopnost vázat látky otravné.

1

Cykloalkylderiváty fenolu, kresolů a xylenolů jsou látky s baktericidními vlastnostmi a mají i schopnost vázat otravné látky. Dosud se připravovaly alkylací příslušných fenolů cykloolefiny za přítomnosti katalyzátorů, rozpustných v reakčním prostředí, jako např. chloridu zinečnatého, kyseliny sírové, fosforečné, chlorovodíkové, fluoridu boritého nebo chloridu hlinitého (čs. taj. pat. 468 a 646). Nevýhodou tohoto způsobu je rozpustnost katalyzátorů v reakčním prostředí, nutnost jeho vypírání vodou před dalším zpracováním a jeho trvalá ztráta. Při jeho vypírání vodou vaniká značné množství kyselých fenolových vod, což vyžaduje jejich nákladnou regeneraci.

Způsobem podle vynálezu se cykloalkylfenoly snadno připraví reakcí příslušného fenolu nebo směsí fenolů s cykloolefinem nebo směsí cykloolefinů při zvýšené teplotě, s výhodou při teplotě 50-150 °C, za přítomnosti sulfovaného styren-divinylbenzenového kopolymeru ve vodíkovém cyklu (iontoměničce). Při provádění způsobu podle vynálezu se vychází z fenolu, kresolů nebo xylenolů, popřípadě z jejich směsí, a z cyklohexenu, methylcyklohexenů nebo dimethylcyklohexenů, popřípadě rovněž ze směsí těchto látek. Při reakci vznikají pouze příslušné cykloalkylfenoly, katalyzátor je v reakčním prostředí nerozpustný a při zpracování není zapotřebí reakční směs vypírat vodou. Tím zcela odpadá nutnost čištění kyselých fenolových vod a reakční produkty se získají velmi čisté. Z reakční směsi se za sníženého tlaku vydestiluje příslušný nezreagovaný fenol a zbytek se použije jako směsný cykloalkyl-

fenol pro speciální účely nebo se rektifikuje ve vakuu na příslušné cykloalkylderiváty fenolů.

Příklad 1

Do baňky se vpraví 40 g suchého styren-divinylbenzenového kopolymeru v H^+ cyklu, 160,5 g fenolu a při teplotě 115-125 °C se přikape během 1 hodiny 112 g cyklohexenu. Po přikapání se reakční směs míchá ještě po dobu 4 hodin při teplotě 115-125 °C. Celková doba reakce je 5 hodin. Po skončení reakce se katalyzátor odsaje a z reakční směsi se ve vakuu oddestiluje nezreagovaný fenol. Získá se 50 g nezreagovaného fenolu a 205 g směsi 2-cyklohexylfenolu, 4-cyklohexylfenolu a 2,4-dicyklohexylfenolu.

Příklad 2

Do baňky se vpraví 34 g suchého sulfonovaného styren-divinylbenzenového kopolymeru v H^+ cyklu a 162 g p-kresolu. Směs se vyhřeje na 115-125 °C a při této teplotě se přikape během 3 hodin 98 g cyklohexenu. Po vkapání se reakční směs udržuje na teplotě 115-125 °C další 3 hodiny, načež se katalyzátor odsaje a z reakční směsi se ve vakuu vydestiluje nezreagovaný p-kresol. Získá se 60 g p-kresolu a 175 g směsi 2-cyklohexyl-4-metylfenolu a 2,6-dicyklohexyl-4-metylfenolu.

Příklad 3

Do tříhrdlé baňky se vpraví 50 g suchého sulfonovaného styren-divinylbenzenového kopolymeru v H^+ cyklu, 973 g směsného metakresolu (40 % m-kresolu, 60 % p-kresolu) a při 120 °C se přikape během 3 hodin za míchání 692 g technického metylcyklohexenu (bod varu 80-110 °C). Po vkapání veškerého metylcyklohexenu se míchá při teplotě 115-125 °C ještě po dobu 4 hodin, načež se katalyzátor odsaje. Získá se 1642 g reakční směsi, ze které se ve vakuu oddestiluje nezreagovaný m- a p-kresol a malým množstvím nezreagovaného metylcyklohexenu. Získá se 392 g m-, p-kresolu a metylcyklohexenu (frakce do 120 °C/2,66 kPa) a 1230 g směsi 6-metylcyklohexyl-3-metylfenolu, 4-metylcyklohexyl-3-metylfenolu, 4,6-bis-(metylcyklohexyl)-3-metylfenolu, 2-metylcyklohexyl-4-metylfenolu a 2,6-bis-(metylcyklohexyl)-4-metylfenolu, která je kapalná i za teploty pod 0 °C.

PŘEDMĚT PATENTU

Způsob přípravy cykloalkylfenolů, majících vlastnosti baktericidní a schopnost vázat látky otravné, z fenolu, kresolů, xlenolů nebo jejich směsí a z cyklohexenu, metylcyklohexenu a dimetylcyklohexenu nebo jejich směsí, vyznačený tím, že se reakce provádí za přítomnosti sulfonovaného styren-divinylbenzenového kopolymeru ve vodíkovém cyklu při teplotě 50-150 °C.