

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

54501

Patent dodatkowy
do patentu _____

Kl. 12 o, 5/02

Zgłoszono: 17. II. 1966 (P 112 986)

Pierwszeństwo: _____

MKP C 07 c

33/02

Opublikowano: 25. I. 1968

UKD

Współtwórcy wynalazku: mgr inż. Władysław Brud, prof. mgr inż. Włodzimierz Daniewski, mgr inż. Adam Woliński

Właściciel patentu: Instytut Chemii Ogólnej, Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania trzeciorzędowych alkoholi winylowych z produktów kondensacji chlorku winylomagnezowego z ketonami

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania trzeciorzędowych alkoholi winylowych z produktów kondensacji chlorku winylomagnezowego z ketonami.

Trzeciorzędowe alkohole winylowe otrzymywano dotychczas z produktów kondensacji chlorku winylomagnezowego z ketonami przez hydrolizę tych produktów rozcieńczonymi kwasami nieorganicznymi, wodą (lodem) lub roztworem chlorku amonu w niskich temperaturach. Metody te poza utrudnieniami szczególnie w warunkach przemysłowych, w postaci konieczności intensywnego chłodzenia ze względu na to, że reakcja jest silnie egzotermiczna i korodującego działania kwasów nieorganicznych miały tę wadę, że wymagały skomplikowanych operacji rozpuszczenia trudnorozpuszczalnych soli magnezowych, powstających w reakcji hydrolizy i utrudniających oddzielenie produktu zemulgowanego w warstwie nieorganicznej, zubożniania kwaśnych roztworów i ekstrakcji warstw nieorganicznych. Dodatkowe utrudnienie powodowała obecność w wielu operacjach z reguły niskowrzącego, łatwopalnego i toksycznego rozpuszczalnika reakcji Grignarda, np. czterohydrofuranu. Poza tym działanie kwasów powodowało często rozkład alkoholu, bądź jego izomeryzację, czy przejście w chlorek lub inną pochodną.

Sposób według wynalazku polega na prowadzeniu hydrolizy w temperaturze wrzenia rozpuszczalnika reakcji Grignarda, i oddestylowaniu produktu

2

z parą wodną, co pozwala uniknąć wszystkich opisanych wyżej trudności i jest szczególnie dogodnie do stosowania w warunkach przemysłowych, ponieważ wymaga tylko jednej operacji.

5 W sposobie według wynalazku rozkład kondensatu chlorku winylomagnezowego z ketonem prowadzi się tak, że otrzymany z reakcji roztwór tego kondensatu umieszcza się w reaktorze dostosowanym do destylacji z parą wodną i dość szybko 10 wlewa wodę w ilości równej objętości roztworu. Mieszanina reakcyjna na ogół dogrzewa się ciepłem reakcji do temperatury wrzenia, tylko w niektórych przypadkach konieczne jest podgrzewanie. Następnie do reaktora wpuszcza się parę wodną 15 i w znany sposób oddestylowuje produkt wraz z rozpuszczalnikiem. Oddzielenie produktu i rozpuszczalnika od wody prowadzi się przez wysolenie.

Produkt o wysokiej czystości i z dobrą wydajnością otrzymuje się przez proste oddestylowanie 20 rozpuszczalnika.

Przykład. Roztwór 2,5 mola czterohydrofuranu zawierający kondensat 1 mola chlorku winylomagnezowego z 1 molem acetonu umieszcza się w reaktorze dostosowanym do destylacji z parą wodną i dodaje około 250 ml wody. Mieszanina 25 dogrzewa się ciepłem reakcji do temperatury wrzenia czterohydrofuranu, który zaczyna destylować. Następnie przepuszcza się parę wodną z równo-

czesnym podgrzewaniem reaktora. Uzyskuje się około 600 ml destylatu, do którego dodaje się około 150 g soli kuchennej do uzyskania nasyconego roztworu NaCl w warstwie wodnej. Warstwę organiczną oddziela się i destyluje. Straty czterohydrofuranu nie przekraczają 15%. Wydajność metylobutenolu 85—90%.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania trzeciorzędowych alkoholi winylowych z produktów kondensacji chlorku winylomagnezowego z ketonami przez hydrolizę tych produktów wodą w środowisku z rozpuszczalnika reakcji Grignarda, **znamienny tym**, że hydrolizę prowadzi się wodą i parą wodną w temperaturze wrzenia rozpuszczalnika, a produkt wraz z rozpuszczalnikiem wydziela się z mieszaniny reakcyjnej przez destylację z parą wodną i wysolenie.