



Urząd Patentowy  
Rzeczypospolitej Polskiej

⑳ Numer zgłoszenia: 279350

㉑ Data zgłoszenia: 08.05.1989

㉒ IntCl<sup>5</sup>:  
C07C 409/16  
C07C 407/00

CZYTELNIA  
OGÓLNA

⑤④ Sposób wytwarzania III rzędowych nadtlenków alkiloaromatycznych

④③ Zgłoszenie ogłoszono:  
12.11.1990 BUP 23/90

④⑤ O udzieleniu patentu ogłoszono:  
30.10.1992 WUP 10/92

⑦③ Uprawniony z patentu:  
Politechnika Śląska, Gliwice, PL

⑦② Twórcy wynalazku:  
Jan Zawadiak, Gliwice, PL  
Zbigniew Stec, Gliwice, PL  
Zdzisław Kulicki, Brenna, PL  
Aleksandra Burghardt, Gliwice, PL  
Bronisław Staniowski, Gliwice, PL  
Ryszard Józwicki, Warszawa, PL  
Grażyna Stolarczyk, Warszawa, PL

⑤⑦ Sposób wytwarzania III rzędowych nadtlenków alkiloaromatycznych, zwłaszcza nadtlenku dikumylowego przez reakcję kumenu z wodoronadtlenkiem kumenu wobec znanych katalizatorów, **znamienny tym**, że do mieszaniny poreakcyjnej dodaje się węglany metali alkalicznych w ilości 0,1–10% w stosunku do masy reakcyjnej.

## SPOSÓB WYTWARZANIA III RZĘDOWYCH NADTLNENKÓW ALKILOAROMATYCZNYCH

### Z a s t r z e ż e n i e p a t e n t o w e

Sposób wytwarzania III rzędowych nadtlenczków alkiloaromatycznych, zwłaszcza nadtlenczków dikumylowych przez reakcję kumenu z wodoronadtlenkiem kumenu wobec znanych katalizatorów, z n a m i e n n y t y m, że do mieszaniny poreakcyjnej dodaje się węglany metali alkalicznych w ilości 0,1 - 10% w stosunku do masy reakcyjnej.

\*\*\*

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania III rzędowych nadtlenczków alkiloaromatycznych, zwłaszcza nadtlenczków dikumylowych.

Znany jest sposób wytwarzania nadtlenczków dikumylowych z wodoronadtlenku kumenu i kumenu w obecności katalizatorów - soli metali o zmiennej wartościowości. Jako katalizatory stosuje się nafteniany kobaltu - opis patentowy St. Zjedn. Ameryki nr 2 994 719, tetra - 8 - pikolino rodanki miedzi, kobaltu i manganu - polski opis patentowy nr 105 264 oraz inne sole miedzi, kobaltu i manganu (Z.Kulicki, J.Zawadiak, Chemia Stosowana XXIII 3 319-28 /1979/).

Wydzielanie nadtlenczków z mieszaniny poreakcyjnej wymaga oddzielenia katalizatora, po czym stosując operacje destylacji i krystalizacji uzyskuje się nadtlenczek dikumylowy z wydajnością około 60%. Oddzielenie katalizatora następuje z wieloma trudnościami, ponieważ katalizator zazwyczaj występuje w postaci zawiesiny, co utrudnia jego odsączenie lub oddzielenie przez sedymentację. Szczególnie trudne jest oddzielenie katalizatora złożonego z chlorku miedzi z dodatkiem soli tetraalkiloamoniumowych.

Sposób wytwarzania III rzędowych nadtlenczków alkiloaromatycznych a zwłaszcza nadtlenczków dikumylowych według wynalazku polega na tym, że do mieszaniny poreakcyjnej dodaje się węglany metali alkalicznych w ilości 0,1 - 10% w stosunku do masy reakcyjnej.

Dodatek węglanów powoduje rozbicie zawiesiny katalizatora i szybką jego sedymentację, co umożliwia proste oddzielenie katalizatora z mieszaniny poreakcyjnej przez jej dekantację.

P r z y k ł a d . W reaktorze zaopatrzonym w mieszadło, termometr, chłodnicę zwrotną, rurki doprowadzające azot ( $20 \text{ dm}^3/\text{h}$ ) i wodoronadtlenek kumenu, umieszcza się 162g kumenu i przy włączonym mieszadle dodaje się 4 g bezwodnego  $\text{CuCl}_2$  i 0,2 g bromku cetylotetrametyloamoniumowego.

Po ogrzaniu zawartości reaktora do  $70^\circ\text{C}$  dozowano do reaktora 350 g ( $360 \text{ cm}^3$ ) 70% roztworu wodoronadtlenku kumenu w kumieniu, o technicznym stopniu czystości, z szybkością  $2 \text{ cm}^3/\text{min.}$ , utrzymując w reaktorze temperaturę  $70^\circ\text{C}$ . Po wprowadzeniu całej ilości wodoronadtlenku kumenu zawartość reaktora utrzymywano w temperaturze  $70^\circ\text{C}$  przez 15 minut. Zawartość reaktora ochłodzono do temperatury pokojowej, po czym przy włączonym mieszadle dodano 3 g węglanu sodu utrzymując mieszanie przez 10 minut. Wyłączono mieszadło i po sedymentacji katalizatora (około 1 g) zdekantowano warstwę organiczną uzyskując 500 g produktu zawierającego 29% nadtlenczków dikumylowych.