

RZECZPOSPOLITA
POLSKA



Urząd Patentowy
Rzeczypospolitej Polskiej

12 OPIS PATENTOWY 19 PL 11 156813

13 B1

21 Numer zgłoszenia: 276346

22 Data zgłoszenia: 12.12.1988

51 IntCl⁵:

C07C 409/16

C07C 407/00

CZYTELNI
OGÓLNA

54

Sposób wytwarzania III rzędowych nadtlenków alkiloaromatycznych

43

Zgłoszenie ogłoszono:
25.06.1990 BUP 13/90

45

O udzieleniu patentu ogłoszono:
30.04.1992 WUP 04/92

73

Uprawniony z patentu:

Politechnika Śląska im. W.Pstrowskiego,
Gliwice, PL

Ośrodek Wdrażania Postępu Technicznego i
Organizacyjnego w Przemśle
Chemicznym i Lekkim, Warszawa, 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 w obecności znanych katalizatorów, **znamienny tym**, że stosuje się dodatek halogenków alkiloamoniowych, korzystnie bromku cetyloczterometyloamoniowego w ilości od 0,01 do 100% wagowych w stosunku do użytego katalizatora.

PL 156813 B1

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 nadtlennków alkiloaromatycznych, zwłaszcza nadtlenu dikumylowego przez reakcję kumenu z wodoronadtlenkiem kumenu w obecności znanych katalizatorów, z n a m i e n n y t y m, że stosuje się dodatek halogenków alkiloamoniowych, korzystnie bromku cetyloczterometyloamoniowego w ilości od 0,01 do 100% wagowych w stosunku do użytego katalizatora.

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania III-rzędowych nadtlennków alkiloaromatycznych, zwłaszcza nadtlenu dikumylowego.

Znany jest sposób wytwarzania nadtlenu dikumylowego z wodoronadtlenku kumenu i kumenu w obecności katalizatorów - soli metali o zmiennej wartościowości. Jako katalizatory stosuje się naftenian 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/. Reakcję prowadzi się najczęściej w temperaturze od 90 - 110°C. Jednak zadowalające szybkości reakcji uzyskuje się w temperaturach powyżej 90°C. W temperaturze powyżej 90°C może mieć miejsce częściowy rozkład surowca - wodoronadtlenku kumenu jak i produktu nadtlenu dikumylowego. Wpływa to na obniżenie wydajności nadtlenu dikumylowego oraz zwiększenie ilości produktów ubocznych. W obecności wymienionych katalizatorów otrzymuje się nadtlenek dikumylowy z wydajnością około 60%.

Istotną przeszkodą w stosowaniu omawianej metody otrzymywania nadtlenu dikumylowego na skalę przemysłową jest konieczność pracy w temperaturach powyżej 90°C, co jest niebezpieczne ze względu na możliwość niekontrolowanego rozkładu mieszaniny reakcyjnej.

Sposób wytwarzania III-rzędowych nadtlennków alkiloaromatycznych, a zwłaszcza nadtlenu dikumylowego według wynalazku polega na tym, że stosuje się dodatek halogenków alkiloamoniowych korzystnie bromku cetyloczterometyloamoniowego w ilości od 0,01 do 100% wagowych w stosunku do użytego katalizatora. Zastosowanie dodatku halogenków alkiloamoniowych powoduje znaczne zwiększenie szybkości reakcji tak, że proces można prowadzić w temperaturze niższej lub równej 70°C, uzyskując również podwyższenie wydajności do około 70% wydajności teoretycznej w przeliczeniu na wodoronadtlenek kumenu.

P r z y k ł a d. W reaktorze zaopatrzonym w mieszadło, termometr, chłodnicę zwrotną, rurki doprowadzające azot /20 l/h/ i wodoronadtlenek kumenu umieszcza się 162 g kumenu i przy włączonym mieszadle dodaje się 4 g bezwodnego CuCl_2 i 0,2 g bromku cetyloczterometyloamoniowego. Po ogrzaniu zawartości reaktora do 70°C dozowano do reaktora 350 g /360 cm^3 / 70%-owego roztworu wodoronadtlenku kumenu w kumenie o technicznym stopniu czystości z szybkością 2 cm^3 /min., utrzymując w reaktorze temperaturę 70°C. Po wprowadzeniu całej ilości wodoronadtlenku zawartości reaktora utrzymywano w temperaturze 70°C przez 15 minut. Po odsączeniu katalizatora uzyskano 512 g produktu zawierającego 29% nadtlenu dikumylowego. W przeliczeniu na użyty wodoronadtlenek kumenu uzyskuje się nadtlenek z wydajnością 68%.