



Urząd Patentowy  
Rzeczypospolitej Polskiej

(21) Numer zgłoszenia: 276351

(22) Data zgłoszenia: 12.12.1988

(51) IntCl<sup>5</sup>:  
C07C 409/16  
C07C 407/00

CZYTELNIA  
OGÓLNA

(54) Sposób wytwarzania nadtlenku dikumylu z wodoronadtlenku kumenu i kumenu

(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 Jóźwicki, Warszawa, PL  
Grażyna Stolarczyk, Warszawa, PL

(57) Sposób wytwarzania nadtlenku dikumylu z wodoronadtlenku kumenu i kumenu, **znamienny** tym, że proces prowadzi się dwuetapowo, przy czym w pierwszym etapie prowadzi się reakcję wodoronadtlenku kumenu z kumenem wobec soli metali przejściowych, po czym do produktu syntezy pierwszego etapu zawierającego prawie ekwimolarne ilości nadtlenku dikumylu i dwumetylofenylokarbinolu dodaje się wodoronadtlenek kumenu i reakcję prowadzi się wobec kwaśnych katalizatorów.

## SPOSÓB WYTWARZANIA NADTLENU DIKUMYLU Z WODORONADTLENU KUMENU I KUMENU

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

Sposób wytwarzania nadtlenu dikumylu z wodoronadtlenku kumenu i kumenu, z n a m i e n n y    t y m, że proces prowadzi się dwuetapowo, przy czym w pierwszym etapie prowadzi się reakcję wodoronadtlenku kumenu z kumenem wobec soli metali przejściowych, po czym do produktu syntezy pierwszego etapu zawierającego prawie ekwimolarne ilości nadtlenu dikumylu i dwumetylofenylokarbinolu dodaje się wodoronadtlenek kumenu i reakcję prowadzi się wobec kwaśnych katalizatorów.

\*\*\*

Przedmiotem wynalazku jest nowy sposób syntezy nadtlenu dikumylu z wodoronadtlenku kumenu i kumenu.

Znany jest sposób wytwarzania nadtlenu dikumylu w wyniku reakcji wodoronadtlenku kumenu z kumenem wobec soli metali przejściowych jak miedzi, kobaltu, manganu i innych. Produktem ubocznym jest dwumetylofenylokarbinol, który tworzy się w ilościach prawie równomolowych w stosunku do nadtlenu dikumylu /M.S. Kharash, A.Fono, J.Org. Chem. 24, 72 - 8 /1959/. Inna metoda wytwarzania nadtlenu dikumylu polega na reakcji wodoronadtlenku kumenu z dwumetylofenylokarbinolem /M.S. Kharash, A.Fono, W.Nudenberg, J.Org. Chem. 15, 748 - 52 /1950/.

Pierwszy sposób wytwarzania nadtlenu dikumylu charakteryzuje się stosowaniem tanich i dostępnych surowców, lecz uzyskuje się niską wydajność nadtlenu, wskaźnik zużycia wodoronadtlenku wynosi 244 g na 100 nadtlenu dikumylu. Mieszanina poreakcyjna zawiera duże ilości produktu ubocznego dwumetylofenylokarbinolu, co powoduje trudności w wydzieleniu nadtlenu dikumylu. Wadą drugiej metody jest stosowanie jako surowca drogiego dwumetylofenylokarbinolu.

W rozwiązaniu według wynalazku proces syntezy prowadzi się dwuetapowo w następujący sposób. Jako surowiec stosuje się techniczny roztwór wodoronadtlenku kumenu w kumenie. Początkowo prowadzi się reakcję pomiędzy wodoronadtlenkiem kumenu i kumenem wobec soli metali przejściowych. Następnie oddziela się katalizator i do mieszaniny poreakcyjnej dodaje się roztwór wodoronadtlenku kumenu, po czym prowadzi się reakcję wobec kwaśnych katalizatorów dla przereagowania ubocznie tworzącego się w pierwszym etapie dwumetylofenylokarbinolu.

Sposób wytwarzania nadtlenu dikumylu z wodoronadtlenku kumenu i kumenu według wynalazku charakteryzuje się wysoką wydajnością nadtlenu dikumylu i prostotą wydzielenia nadtlenu dikumylu z mieszaniny poreakcyjnej. Wskaźnik zużycia wodoronadtlenku kumenu wynosi 109 g na 100 g nadtlenu dikumylu.

P r z y k ł a d. Do kolby o pojemności 1 dm<sup>3</sup> zaopatrzonej w mieszańnię, wkraplacz, króciec do doprowadzania i odprowadzania azotu, wprowadzono 162 g kumenu i 4,2 g CuCl<sub>2</sub>. W temperaturze 100°C podczas mieszania i przedmuchiwania azotem /20 dm<sup>3</sup>/h/ wkraplano 350 g technicznego 70%-owego roztworu wodoronadtlenku kumenu zawierającego 70% wodoronadtlenku kumenu, 22,8% kumenu, 6,5% dwumetylofenylokarbinolu i 0,7% acetofenonu. Czas wkraplania wynosił 3 h. Po wkropleniu roztworu wodoronadtlenku mieszaninę utrzymywano jeszcze w temperaturze 100°C przez 0,5 h, po czym zawartość kolby ochłodzono i odsączono katalizator na lejku Büchnera. Uzyskano 490 g produktu zawierającego 29% nadtlenu dikumylu, 32% dwumetylofenylokarbinolu i 1% wodoronadtlenku kumenu. Produkt z pierwszego etapu syntezy umieszczono w reaktorze i dodano 5 g ZnCl<sub>2</sub>. W temperaturze 60°C podczas mieszania z przedmuchiwania azotem /800 dm<sup>3</sup>/h - barbotujący przez mieszaninę reakcyjną azot usuwał tworzącą się wodę/ wkraplano

230 g technicznego 70%-owego roztworu wodoronadtlenku kumenu. Czas wkraplania wynosił 1 h. Po wkropleniu roztworu wodoronadtlenku reakcję jeszcze prowadzono przez 1 h. Następnie mieszaninę reakcyjną ochłodzono, przeniesiono do rozdzielacza i przemyto dwa razy po 100 cm<sup>3</sup> 20%-owego NaOH i trzy razy po 50 cm<sup>2</sup> 20% NaCl. Uzyskano 550 g produktu zawierającego 68% nadtlenku dwukumylu. Produkt zmieszano z 550 g wody i poddano destylacji pod ciśnieniem 30 mm Hg, wraz z parą wodną destylował kumen i tworzący się ubocznie acetofenon. Podczas destylacji temperatura wrzenia zawartości kolby zmieniała się od 50°C do 70°C. Gdy temperatura w kolbie osiągnęła 70°C destylację przerwano. Pozostałość w kolbie stanowiła surowy nadtlenek dikumylu i woda /ok. 200 cm<sup>3</sup>/. Nadtlenek krystalizowano z etanolu. Do pozostałości po destylacji dodano 2 dm<sup>3</sup> 96,5%-owego etanolu i podczas mieszania zawartość ogrzano do temperatury 40°C uzyskując jednorodny roztwór. Następnie roztwór schłodzono do temperatury 5°C, utrzymując tę temperaturę przez 0,5 h. Podczas schładzania wypadł biały osad. Osad odsączono i suszono w temperaturze pokojowej. Uzyskano 315 g nadtlenku dwukumylu o czystości 98%.

