

Opublikowano dnia 3 kwietnia 1963 r.

CO 4c 91/44



BIBLIOTEKA  
Urzędu Patentowego  
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

# POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

## OPIS PATENTOWY

Nr 46598

Kl. 12 q, 14/04

Kl. internat. C 07 c 3

Spółdzielnia Pracy Chemików „Drobchem“ \*)

Gliwice, Polska

### Sposób wytwarzania metolu

Patent trwa od dnia 10 marca 1961 r.

Metol czyli siarczan N-metylo-p-aminofenolu wytwarza się przez dekarboksylację p-hydroksy-fenyloglicyny. Proces ten prowadzi się zwykle w temperaturze 150—180°C w obecności substancji działających katalitycznie np. cykloheksanonu w środowisku bezwodnym. Ponieważ p-hydroksyfenyloglicyna podczas suszenia ulega częściowemu utlenianiu, co powoduje wytworzenie nieczystego metolu, znane jest stosowanie tego półproduktu w postaci wilgotnej oraz wprowadzanie do mieszaniny reakcyjnej substancji, która destyluje w niższej temperaturze niż początek dekarboksylacji i tworzy azeotrop z wodą usuwając wilgoć z mieszaniny reakcyjnej. Do tego celu stosuje się zwykle mono-

chlorobenzen. Ponadto znane jest stosowanie onto-dwuchlorobenzenu jako obojętnego rozpuszczalnika w celu rozcieńczenia masy reakcyjnej.

Wynalazek polega na zastosowaniu metylogwajakolu jako substancji działającej katalitycznie w reakcji dekarboksylacji oraz anizolu jako środka do usuwania wody, a zarazem do ułatwienia utrzymania właściwej temperatury w środowisku reakcji. Stwierdzono, że metylogwajakol jest lepszym katalizatorem do prowadzenia tej reakcji niż cykloheksanon, gdyż pozwala na otrzymanie bardziej czystego produktu z lepszą wydajnością. Korzyść z wprowadzenia anizolu do środowiska reakcji jest uzasadniona tworzeniem azeotropu anizol-woda o temperaturze wrzenia 85,6°, w którym woda stanowi około 40% i którego oddestylowanie pozwala na łatwe odwodnienie środowiska reakcji przy stosunkowo niskiej temperaturze. Dalsza korzyść z zastosowania anizolu wynika

\*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są Tadeusz Śniezek, Ludomir Jarzyński, Józef Handzlik i Tomasz Umiński.

z jego temperatury wrzenia wynoszącej 155°, w której jak się okazało prowadzenie dekarboksylacji przebiega szczególnie korzystnie.

Według wynalazku przy zastosowaniu wilgotnej p-hydroksyfenyloglicyny, np. zawierającej około 10%  $H_2O$ , wprowadza się 1 kg tego półproduktu do roztworu zawierającego 5—10 kg dwuchlorobenzenu, oraz 0,25—1 kg anizolu i 1—3 kg metylogwajakolu. Otrzymany roztwór ogrzewa się łagodnie z oddestylowania całej zawartości wody w postaci azeotropu z anizolem, a następnie podwyższa się temperaturę do temperatury wrzenia anizolu, stosując chłodnicę zwrotną, przy czym następuje dekarboksylacja z wysoką wydajnością.

Przykład. 10 kg świeżo odwirowanej p-hydroksyfenyloglicyny o zawartości około 10% wody wprowadzono do naczynia emaliowanego, ogrzewanego na łaźni olejowej i zaopatrzonego w chłodnicę zwrotną z rozdzielaczem skroplin do ciągłego odbierania wody i zwracania lżejszego od wody rozpuszczalnika. Do naczynia wprowadzono 80 kg o-dwuchlorobenzenu, 20 kg metylogwajakolu i 5 kg anizolu. W pierwszym okresie ogrzewania odchodził azeotrop, który po skropleniu rozdzielał się, przy czym anizol powracał do naczynia. Po usunięciu całej ilości

wody podwyższono temperaturę do około 155°C czyli do temperatury wrzenia suchego anizolu, w której to temperaturze zachodził proces dekarboksylacji. Temperaturę tę utrzymywano w ciągu 12 godzin zwracając wykroplony anizol do naczynia reakcyjnego. Po ochłodzeniu wyodrębniono metol w postaci krystalicznej przez zadanie rozcieńczonym kwasem siarkowym.

#### Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania metolu z p-hydroksyfenyloglicyny przez dekarboksylację drogą ogrzewania w obecności związków działających katalitycznie, znamienny tym, że do środowiska reakcji wprowadza się metylogwajakol jako katalizator oraz anizol jako czynnik azeotropujący i po usunięciu wilgoci przez oddestylowanie azeotropu anizol-woda, prowadzi się dekarboksylację pod chłodnicą zwrotną w temperaturze wrzenia anizolu.

Spółdzielnia Pracy Chemików  
„Drobchem”

Zastępca: mgr inż. Witold Hennel  
rzecznik patentowy