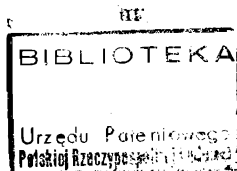


8 lutego 1926 r.

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Cofc 15/02

Nr 2949.

Kl. 12 o 1.

G. Austerweil i L. Peufaillit
(Boulogne, Francja).**Sposób wytwarzania cymolu z pierścieniowych terpenów.**

Zgłoszono 8 listopada 1923 r.

Udzielono 19 września 1925 r.

Pierwszeństwo: 8 listopada 1922 r. dla zastrz. 1, 2 (Niemcy).

Jednopierścieniowe terpeny są głównymi produktami ubocznymi wszelkich rodzajów przemysłu, przy których przerabia się terpeny albo oleje eteryczne. Wienc np. dwupenten jest głównym produktem ubocznym przy otrzymywaniu syntetycznej kamfory z oleju terpentynowego. Terpinole i terpiny zostają otrzymywane, jako terpeny odpadkowe przy fabrykacji oleju terpinowego; limonen powstaje przy odterpentynowaniu olejów eterycznych i t. d. Te jednopierścieniowe terpeny posiadają niewielką wartość handlową i wszystkie one mogą być przerobione na cymol przez odhydrogenizowanie siarką przy zachowaniu odpowiednich warunków fizycznych.

Małą wydajność 15% *p*-cymolu z dwupentenu zaobserwowała już Ruzicka (Helv. Chim. Acta, 1922 p. 366), ale wydajność ta

nawet w przybliżeniu nie jest techniczną. Niniejszy wynalazek polega na traktowaniu jednopierścieniowych terpenów siarką z zachowaniem odpowiednich warunków fizycznych i w obecności katalizatora. Spostrzeżono mianowicie, że możliwe jest osiągnięcie wydajności 50—60% *p*-cymolu przy ogrzewaniu jednopierścieniowych terpenów i siarki w destylatorze, w obecności małych ilości odpowiedniego katalizatora i w atmosferze obojętnego gazu. Jako katalizatory, nadają się znane w przemyśle kauczukowym przyspieszacze wulkanizacji. Proces wykonywa się, jak następuje: 1—3% takiego katalizatora dodaje się do cząsteczkowej mieszaniny jednopierścieniowego terpenu z siarką i mieszaninę ogrzewa się w przeciągu paru godzin do 160°—185° C, przepuszczając gaz obojętny do czasu, gdy

ustaje ulatnianie się siarkowodoru, poczem *p*-cymol przepędza się parą z mieszaniny; ten destylat parowy tworzy technicznie — czysty *p*-cymol, dający się np., bezpośrednio nitrować.

Dalsze oczyszczanie w celu usunięcia ewentualnie jeszcze występujących śladów terpenów, które nie zostały odhydrogenizowane, wykonywa się przez przemycanie surowego destylatu parowego 2%-ym roztworem nadmanganianu potasowego. Płyn odfiltrowuje się następnie od resztek manganu i znów przepędza parą, ewentualnie przez biel ołowiową dla usunięcia ostatnich śladów siarki i rektyfikuje się przez wapno, przyczem powstaje bardzo czysty *p*-cymol. Punkt topliwości 176° C — 179° C.

Pozostałość po pierwszej destylacji parowej jest masą o konsystencji balsamu, zawierającą znaczne ilości siarki, która może mieć zastosowanie do celów terapeutycznych, szczególnie w dermatologii.

Przykład. 100 g dwupentenu (odpadającego przy fabrykacji syntetycznej kamfory regenerowanego terpenu) ogrzewa się do wrzenia z 25 g siarki i 3 g tiokarbanilidu w destylatorze przepuszczając jednocześnie gaz kwaso-węglowy, aż do zaprzestania ulatniania się siarkowodoru, t. j. przez 4—5 godzin, a produkt reakcji zostaje przegrzany parą. Wydajność stanowi 62 g surowego *p*-cymolu. Po oczyszczeniu nadbielą ołowiową i 2%-ym roztworem nadmanganianu otrzymuje się po odpowied-

niej rektyfikacji 49 g czystego *p*-cymolu. Punkt topliwości 176° — 179° C.

P-cymol może służyć do otrzymywania syntetycznego karwakrolu, syntetycznego tymolu i mentolu, jak również i do otrzymywania pochodnych tych ciał; może również służyć on jako cenny produkt pośredni przy fabrykacji barwników.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania *p*-cymolu z jednopierścieniowych terpenów, znamieny tem, że terpeny te, przy zachowaniu odpowiednich warunków fizykalnych, ewent. w obecności odpowiedniego katalizatora, ogrzewa się z siarką, przyczem *p*-cymol oddziela się z masy reakcyjnej zapomocą odpowiednich środków.

2. Sposób wytwarzania *p*-cymolu z jednopierścieniowych terpenów według zastrz. 1, znamieny tem, że jako katalizatory używane są przyspieszacze wulkanizowania.

3. Sposób wytwarzania *p*-cymolu z jednopierścieniowych terpenów według zastrz. 1 i 2, znamieny tem, że traktowaniu jednopierścieniowych terpenów siarką towarzyszy przedmuchiwanie przez masę reakcyjną obojętnego gazu.

G. Austerweil.
L. Peuffaillit.
Zastępca: M. Brokman,
rzecznik patentowy.