



Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 21.VI.1965 (P 109 664)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 31.X.1967

Kl. 12 q, 14/0?

MKP C 07 c

37/22

UKD

Twórca wynalazku: Józef Baron

Właściciel patentu: Zakłady Koksochemiczne „Hajduki” Przedsiębiorstwo
Państwowe, Chorzów (Polska)

Sposób oczyszczania technicznego 3,5-dwumetylo-1-hydroksybenzenu

1 Przedmiotem wynalazku jest sposób oczyszczania technicznego 3,5-dwumetylo-1-hydroksybenzenu za pomocą krystalizacji z węglowodorów aromatycznych obojętnych, posiadających jedną lub więcej grup metylowych — CH_3 , takich jak toluen, ksyleny, ich mieszanina lub trójmetylobenzeny.

Znane dotąd sposoby oczyszczania technicznego 3,5-dwumetylo-1-hydroksybenzenu za pomocą krystalizacji z rozpuszczalnika organicznego oparte były o rozpuszczalnik typu alifatycznego jak benzyna lub aromatycznego jak benzen.

Ujemną stroną stosowania benzyny jest konieczność wprowadzania obcego, nietypowego w przebiegu węglowodórnych rozpuszczalnika oraz stosunkowo szeroki jej zakres temperatur wrzenia. Niedogodnością stosowania benzenu jako rozpuszczalnika jest jego duża lotność, zbyt dobra rozpuszczalność 3,5-dwumetylo-1-hydroksybenzenu obniżająca znacznie wydajność procesu oraz znacznie większa toksyczność benzenu niż jego metylo-

20 pochodnych.

Stwierdzono, iż korzystniejsze warunki stwarza stosowanie rozpuszczalnika aromatycznego o charakterze obojętnym, pochodnego benzenu posiadającego jedną, dwie lub trzy grupy metylowe — CH_3 , głównie z uwagi na ich mniejszą lotność i niższą rozpuszczalność 3,5-dwumetylo-1-hydroksybenzenu. Najkorzystniejsze okazało się stosowanie dwumetylobenzenów czyli ksylenów, dających najlepiej wykształcone kryształy, największą czystość,

2 a także najwyższą wydajność końcowego czystego produktu.

Celem wynalazku było uzyskanie 3,5-dwumetylo-1-hydroksybenzenu o czystości odczynnikowej z produktu technicznego. W tym celu techniczny 3,5-dwumetylo-1-hydroksybenzen o zawartości 70-85% czystego izomeru wprowadza się do toluenu, ksylenu lub ich mieszaniny albo do trójmetylobenzenów, w stosunku 2:1 (3,5-dwumetylo-1-hydroksybenzen: rozpuszczalnik) i ogrzewa do całkowitego rozpuszczania się stałego 3,5-dwumetylo-1-hydroksybenzenu.

Po schłodzeniu całości do temperatury poniżej 20°C wykrystalizowany produkt o czystości 90-96% oddziela się przez odwirowanie lub odfiltrowanie od ługów macierzystych, które poddaje się regeneracji w celu odzyskania rozpuszczalnika oraz reszty 3,5-dwumetylo-1-hydroksybenzenu. Krystaliczny produkt poddaje się powtórnej krystalizacji z zachowaniem wyżej podanych warunków i otrzymuje produkt o najwyższej czystości, zawierający 98-100% 3,5-dwumetylo-1-hydroksybenzenu o temperaturze topnienia 62-63°C.

25 Ługi macierzyste z krystalizacji poddaje się destylacji frakcyjnej dla regeneracji rozpuszczalnika, przy czym frakcję destylującą w granicach 216-222°C przy 760 mm Hg i zawierającą powyżej 70% 3,5-dwumetylo-1-hydroksybenzenu zwraca się do procesu krystalizacji.

3,5-dwumetylo-1-hydroksybenzen otrzymany sposobem według wynalazku odpowiada wymaganiom dla odczynników czystych i czystych do analiz. Przykłady sposobu oczyszczania 3,5-dwumetylo-1-hydroksybenzen.

Przykład I — 200,0 kg 3,5-dwumetylo-1-hydroksybenzen technicznego 70—85% oraz 100,0 kg toluenu, załadowuje się do mieszalnika ogrzewanego i zaopatrzonego w mieszadło niskobrotowe. Ogrzewa się mieszając aż do całkowitego rozpuszczenia stałego 3,5-dwumetylo-1-hydroksybenzen (60—100°C), po czym przerywając mieszanie schładza się do temperatury niższej niż 20°C, a w miarę możliwości do około 10°C±2°C. Krystalizuje wówczas 3,5-dwumetylo-1-hydroksybenzen w postaci długich, białych igieł. Zawartość mieszalnika przenosi się do wirówki lub na filtr, oddzielając część krystaliczną od ciekłej. Oddzielone kryształy suszy się na powietrzu, zaś przesącz kieruje się do regeneracji.

Po pierwszej krystalizacji otrzymuje się 149,5 kg produktu 92,6% co stanowi około 75% wydajności.

W celu otrzymania produktu o wyższej czystości produkt pierwszej krystalizacji oczyszcza się powtórnie, przez ponowną krystalizację z 75,0 kg toluenu. Prowadząc proces według wynalazku uzyskuje się 128,0 kg czystego 99,5% 3,5-dwumetylo-1-hydroksybenzen, co odpowiada około 64,0% wydajności.

Z regeneracji ługów macierzystych odzyskuje się 169,5 kg toluenu oraz 68,5 kg 3,5-dwumetylo-1-hydroksybenzen 70—85%.

Przykład II — 200,0 kg 3,5-dwumetylo-1-hydroksybenzen technicznego 70—85% rozpuszcza się w 100,0 kg ksyleny jak w przykładzie I podczas mieszania i ogrzewania a następnie schładza się aż do wykrystalizowania, to znaczy do temperatury około 10°C±2°C. Po odwirowaniu lub odsączeniu i wysuszeniu na powietrzu otrzymuje się

158,0 kg produktu o czystości 95,7%, co stanowi około 79% wydajności.

Po powtórny przekrystalizowaniu z 79,0 kg ksyleny otrzymuje się 134,5 kg 99,8% 3,5-dwumetylo-1-hydroksybenzen (około 67,2% wydajności).

Z regeneracji ługów macierzystych odzyskuje się 172,0 kg ksyleny i 72,0 kg 3,5-dwumetylo-1-hydroksybenzen 70—85%. Przykład III — 200,0 kg 3,5-dwumetylo-1-hydroksybenzen technicznego 70—85% rozpuszcza się w 100,0 kg 1,2,4-trójmetylobenzen (pseudokumenu) jak w przykładzie I, a następnie schładza do temperatury około 10°C±2°C. Po odwirowaniu lub odsączeniu wydzielonych kryształów i wysuszeniu na powietrzu otrzymuje się 142,0 kg produktu 93,1% co stanowi około 71% wydajności.

Po powtórny przekrystalizowaniu z 71,0 kg trójmetylobenzen otrzymuje się 122,0 kg 98,6% 3,5-dwumetylo-1-hydroksybenzen, co odpowiada 61% wydajności.

Z regeneracji ługów macierzystych odzyskuje się 166,0 kg 1,2,4-trójmetylobenzen i 72,5 kg 3,5-dwumetylo-1-hydroksybenzen 70—85%.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób oczyszczania technicznego 3,5-dwumetylo-1-hydroksybenzen przez krystalizację z rozpuszczalników organicznych **znamienny tym**, że techniczny 70—85% 3,5-dwumetylo-1-hydroksybenzen rozpuszcza się w węglowodorach aromatycznych obojętnych posiadających co najmniej jedną grupę metylową — CH₃, takich jak toluen, ksylen lub w ich mieszaninie lub w trójmetylowych pochodnych benzen szczególnie w stosunku 2 : 1 podczas mieszania i ogrzewania aż do rozpuszczenia i schładza do temperatury niższej od 20°C i wytrącone kryształy oddziela w znany sposób od ługów pokrystalicznych.