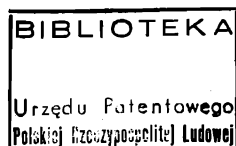


CO7c 43/20



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 43984

Kl. 12 q 14/04

Spółdzielnia Pracy Chemików „Drobchem“*)

Gliwice, Polska

Sposób wytwarzania anizolu

Patent trwa od dnia 29 czerwca 1959 r.

Anizol czyli metoksybenzen otrzymuje się w znany sposób przez metylowanie fenolu względnie fenolanu sodu siarczanem dwumetylowym. Ze względu na trujące właściwości siarczanu dwumetylowego, wszelkie manipulacje z nim, zwłaszcza przeprowadzane w skali przemysłowej, wymagają stosowania środków bezpieczeństwa kosztownych i utrudniających pracę. Znane są również sposoby metylowania fenolu lub fenolanu siarczanem dwumetylowym w roztworze wodnym. Wymagają one przygotowania tego siarczanu w stanie czystym oraz manipulacji z nim, które nie są o wiele bardziej bezpieczne, niż z siarczanem dwumetylowym, a wydajność otrzymywana tą drogą jest na ogół niska.

Sposób według wynalazku polega na wytworzeniu najpierw bezwodnej soli sodowej kwasu metylosiarkowego w stanie stałym. W tym

celu wkrapla się stężony kwas siarkowy do ilości stechiometrycznej lub do małego nadmiaru bezwodnego metanolu podczas intensywnego chłodzenia. Otrzymany surowy kwas metylosiarkowy wkrapla się do sody bezwodnej użytej w małym nadmiarze, podczas intensywnego mieszania. Otrzymuje się przy tym sól sodową kwasu metylosiarkowego w stanie stałym, którą następnie miesza się ze stałym fenolanem sodowym, otrzymanym przez zmieszanie stechiometrycznych ilości krystalicznego fenolu z wodorotlenkiem sodu rozpuszczonym w jak najmniejszej niezbędnej do rozpuszczenia ilości wody. Mieszaninę tych suchych substancji, metylosiarczanu sodowego i fenolanu sodowego, ogrzewa się na łaźni, której temperaturę podnosi się stopniowo w ciągu krótkiego czasu do 150–200°C, a następnie utrzymuje w tej temperaturze przez parę godzin. W miarę przebiegu reakcji destyluje anizol. W celu uwolnienia reszty anizolu oraz nie przereagowanego fenolu z masy poreakcyjnej, zadaje się ją małą ilością wody niezbędną do jej rozpuszczenia, wprowadza żywą parę i destyluje dalej. Otrzy-

*) Właściciel patentu oświadczył, iż współtwórcami wynalazku są inż. Tadeusz Śnieżek, mgr Ludomir Jarzyński i Józef Handzlik.

many surowy anizol jest zanieczyszczony jedynie fenolem i wodą. Po odwodnieniu poddaje się go rektyfikacji, otrzymując czysty anizol, z wydajnością wynoszącą około 70% wydajności teoretycznej w stosunku do fenolu użytego lub około 90% w stosunku do fenolu przereagowanego. Frakcję stanowiącą fenol nie przereagowany wykorzystuje się w następnej szarży produkcyjnej.

Sposób według wynalazku umożliwia wytwarzanie anizolu z dużą wydajnością i w stanie bardzo czystym, przy czym nie wymaga stosowania środków bezpieczeństwa.

Przykład. 30 l stężonego kwasu siarkowego wkiopiono do 30 l bezwodnego metanolu podczas intensywnego chłodzenia, a otrzymaną ciecz wprowadzono do 63 kg sody bezwodnej w ciągu pół godziny przy intensywnym mieszaniu. Otrzymano w ten sposób sól sodową kwasu metylosiarkowego w stanie stałym.

46 kg fenolu krystalicznego zmieszano z 50%-owym ługiem sodowym zawierającym 23 kg wodorotlenku sodowego. Do zestalonej masy wprowadzono otrzymaną poprzednio sól sodową kwasu metylosiarkowego, dokładnie wymieszano, po czym ogrzewano na łaźni olejowej, której temperaturę podwyższano do około 200°C w ciągu pół godziny i utrzymywano

na tym poziomie w ciągu dalszych trzech godzin. Z mieszaniny destylował azeotrop, anizol-woda, z małym zanieczyszczeniem fenolem. Po zakończeniu destylacji, oddzielono warstwę anizolu od warstwy wodnej, a do naczynia reakcyjnego wprowadzono 40 kg wody i żywą parę, po czym destylowano dalej aż do ostatecznego odpędzenia resztek anizolu i fenolu. Surowy anizol po odwodnieniu poddano rektyfikacji, przy czym uzyskano około 35 kg anizolu czystego oraz około 8 kg fenolu nie przereagowanego, który użyto w następnej szarży.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania anizolu z fenolanu sodowego i kwasu metylosiarkowego, znamieny tym, że mieszaninę stężonego kwasu siarkowego z bezwodnym metanolem wkrapla się do bezwodnego węglanu sodowego, a następnie otrzymany zestalony produkt miesza się ze stałym fenolanem sodowym i ogrzewa do temperatury 200°C.

Spółdzielnia Pracy Chemików
„Drobchem“

Zastępca: mgr inż. Witold Hennel
rzecznik patentowy