



Patent dodatkowy
do patentu

Zgłoszono: 19.XII.1962 (P 100 349)

Pierwszeństwo:

Opublikowano: 22.IX.1964

Kl. 12 q, 14/04

MKP C 07 c 43/22

UKD

BIBLIOTEKA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Współtwórcy wynalazku: mgr Zdzisław Janicki, mgr Ryszard Skawiński,
mgr Aleksander Kaszycki, mgr Maria Dżus,
mgr Aleksandra Adamczyk.

Właściciel patentu: Farmaceutyczna Spółdzielnia Pracy „Espefa”, Kra-
ków (Polska).

Sposób wytwarzania eterów glicerynowych fenoli, zwłaszcza eteru glicerynowego gwajakolu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarza-
nia eterów glicerynowych fenoli, zwłaszcza eteru
glicerynowego gwajakolu tak zwanego guajamaru.

Jak wiadomo, związki te znajdują szerokie za-
stosowanie w lecznictwie.

Znane dotychczas sposoby wytwarzania eterów
glicerynowych fenoli polegają na tym, że na sól
alkaliczną odpowiedniego fenolu działa się alfa-
chlorohydryną glicerynową w środowisku rozpusz-
czalnika organicznego, lub też na tym, że na odpo-
wiedni fenol działa się alfachlorohydryną glicery-
nową w silnie alkalicznym środowisku wodnym,
a następnie produkt reakcji ekstrahuje się rozpu-
szczalnikiem organicznym.

Zarówno pierwszy a także drugi sposób opisany
w opisie patentowym nr 42379 nie umożliwia otrzy-
mania produktu o wysokim stopniu czystości
i z wysoką wydajnością, a stosunkowo wysoka cena
alfachlorohydryny glicerynowej i trudności zwią-
zane z koniecznością jej oczyszczania powodują, że
sposoby te nie są ekonomiczne.

Sposób według wynalazku eliminuje powyższe
wady.

Według wynalazku zamiast alfachlorohydryny
glicerynowej stosuje się o wiele tańszą epichloro-
hydrynę glicerynową. Tę ostatnią rozpuszcza się
na gorąco w wodnym roztworze silnie rozcieńczo-
nego, najkorzystniej 0,1 — 2,0%-ego kwasu mine-
ralnego, zwłaszcza kwasu siarkowego i do otrzy-
manego roztworu dodaje się odpowiedni fenol. Ca-

2

łość podgrzewa się do wrzenia i zadaje, najko-
rzystniej przez wkraplanie, wodnym roztworem
mocnej nieorganicznej zasady do pH około 8 — 10
po czym mieszaninę reakcyjną dalej ogrzewa się
w temperaturze wrzenia w czasie około 30 minut.
Otrzymany w wyniku reakcji eter glicerynowy fe-
nolu poddaje się krystalizacji z wody lub z rozpu-
szczalników organicznych, najkorzystniej metano-
lu, etanolu lub trójchloroetyleny, w celu oczyszcze-
nia go.

Należy zaznaczyć, że w literaturze istnieją
wzmianki, że etery glicerynowe fenoli można
otrzymać z epichlorohydryny i alkoholi lub fenoli,
jednak brak jest bliższych danych odnośnie spo-
sobu postępowania.

Przykład. 0,83 części wagowych epichlorohy-
dryny glicerynowej umieszcza się w kolbie o po-
jemności 6 litra i zadaje 2700 ml 0,2%-wego wod-
nego roztworu kwasu siarkowego, a następnie pod-
grzewa się pod chłodnicą zwrotną w temperaturze
wrzenia około 20 minut, po czym z mieszaniny od-
destylowuje się 500 ml wody. Do pozostałości nie
przerywając podgrzewania wkrapla się 1 kg sto-
pionego gwajakolu oraz roztwór 0,38 kg NaOH
w 760 ml wody i całość ogrzewa się jeszcze w cza-
sie około 30 minut.

Po skończonym ogrzewaniu zakwasza się roztwór
za pomocą 25%-wego roztworu kwasu solnego
i oddestylowuje się około 1500 ml wody. Resztę

wody oddestylowuje się metodą próżniową tak, ażeby przy ciśnieniu 100 mm Hg osiągnąć temperaturę 110°C wewnątrz masy reakcyjnej. Pozostałość rozpuszcza się w 1000 ml metanolu na gorąco i pozostawia do krystalizacji. Ten ostatni zabieg powtarza się do otrzymania wymaganej czystości produktu.

Wydajność reakcji wynosi 62% wydajności teoretycznej w przeliczeniu na gwajakol.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania eterów glicerynowych fenoli, zwłaszcza eteru glicerynowego gwajakolu z epi-

chlorohydryny i fenolu, znamienny tym, że epichlorohydrynę glicerynową rozpuszcza się w wodnym roztworze silnie rozcieńczonego, najkorzystniej 0,1 — 2,0%-owego, kwasu mineralnego, zwłaszcza kwasu siarkowego i do otrzymanego roztworu dodaje się odpowiedni fenol, całość podgrzewa do wrzenia i zadaje, najkorzystniej przez wkraplanie, wodnym roztworem mocnej nieorganicznej zasady do pH około 8—10, po czym mieszaninę reakcyjną ogrzewa się w temperaturze wrzenia w czasie około 30 minut, a następnie otrzymany eter glicerynowy fenolu poddaje się krystalizacji z wody lub z rozpuszczalnika organicznego, najkorzystniej metanolu, etanolu lub trójchloroetyleny.