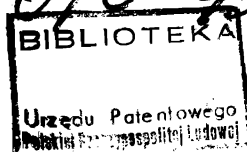


2

Warszawa, dnia 30 maja 1952 r.



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 34833

Kl, 12 q. 14/04

Stalinovy zavody narodni podnik

(Litvinov, Czechosłowacja)

Sposób wytwarzania eterów jednoalkylowych pirokatechiny lub jej homologów

Udzielono z mocą od dnia 9 maja 1950 r.

Pierwszeństwo: 18 maja 1949 r. (Czechosłowacja)

Wiadomo, że gwajakol można otrzymać przez działanie siarczanem dwumetylowym na wodnalkaliczny roztwór pirokatechiny. Otrzymuje się przy tym obok gwajakolu znaczną ilość weratrolu, który nie stanowi tak wartościowego produktu jak gwajakol. Całkowita ilość otrzymanych eterów wynosi tylko 60—70% w stosunku do pirokatechiny, a siarczan dwumetylowy wykorzystuje się najwyżej w 50%, gdyż tylko jedna jego grupa metylowa zostaje zużyta. Weratrol zwykle odmetylowuje się do gwajakolu przez co koszt wytwarzania gwajakolu zwiększa się.

W celu zmniejszenia ilości powstającego weratrolu proponowano w patencie niemieckim nr 305281 działać na pirokatechinę siarczanem metylovo-potasowym w środowisku weratrolu,

w obecności sody lub dwuwęglanu, w temperaturze 170—180°C.

Według tego sposobu pirokatechinę wykorzystuje się do 85%, siarczan metylovo-potasowy jednakże tylko do 50%.

Stwierdzono nieoczekiwanie, że przez kombinację tych znanych sposobów, to znaczy przez działanie siarczanem dwualkylowym na pirokatechinę lub jej homologi w praktycznie bezwodnym środowisku wysokowrzącego rozcieńczalnika, zwłaszcza weratrolu lub odpowiedniego homologicznego eteru dwualkylowego, w obecności substancji reagujących alkalicznie, można wydajność eterów jednoalkylowych, np. gwajakolu, zwiększyć do 88—95%, a siarczan dwumetylowy wykorzystać w 75—87%. Osiąga się przy tym również tę korzyść, że korozja materiałów zachodzi w znacznie mniejszym stopniu aniżeli przy wszelkich innych znanych dotychczas spo-

sobach. Sposób nadaje się nie tylko do wytwarzania gwajakolu, lecz także wszelkich eterów jednoalkylowych pirokatechiny lub jej homologów, jak homopirokatechiny, izohomopirokatechiny itd. Można np. według podanego sposobu wytwarzać eter jednoetylowy pirokatechiny (guetol).

Wyniki te są w dużym stopniu nieoczekiwane, gdyż nawet w niższych temperaturach według dawniejszego sposobu podanego przez Ulmann'a (Ann. 327, 1903) powstaje przeważnie eter dwumetylowy i tylko niewiele eteru jednometylowego. Autorzy patentu niemieckiego nr 305281 mogli więc słusznie przypuszczać, że siarczan dwualkylowy okaże się w wyższych temperaturach, a więc w ostrzejszych warunkach, tym bardziej nieodpowiednim.

Przykład I. 1 mol pirokatechiny miesza się dokładnie z 1,15 mola bezwodnego węgla sodu oraz 1,45 mola weratrolu, po czym do mieszaniny, ciągle mieszając, dodaje się 0,6 mola siarczanu dwumetylowego. Całość miesza się jeszcze w ciągu 1 godziny, po czym podnosi się temperaturę do 170–180°C i utrzymuje ją na tej wysokości, energicznie mieszając, w ciągu 2 godzin. Mieszaninę reakcyjną zakwasza się rozcieńczonym kwasem siarkowym i eter odpędza się z parą wodną. Weratrol oddziela się od gwajakolu w dowolny znany sposób. Wydajność gwajakolu wynosi 88%, a weratrol odzyskuje się ilościowo.

Przykład II. 1 mol pirokatechiny miesza się z 1,3 mola bezwodnego węgla sodu oraz 1,45 mola weratrolu, po czym do mieszaniny, ciągle mieszając, dodaje się 0,7 mola siar-

czanu dwumetylowego. Całość miesza się w ciągu 1 godziny, po czym podnosi się temperaturę do 180°C i utrzymuje ją na tej wysokości w ciągu 2 godzin. Dalej postępuje się tak samo jak w przykładzie I. Wydajność gwajakolu wynosi 95%.

Przykład III. 1 mol homopirokatechiny miesza się z 1,3 mola bezwodnego węgla sodu i 2 molami nitrobenzenu. Do mieszaniny dodaje się, ciągle mieszając, 0,6 mola siarczanu dwumetylowego. Dalej postępuje się tak samo jak w przykładzie I. Wydajność mieszaniny krezolu i izokrezolu wynosi 78%.

W podanych wyżej przykładach można też jako środki rozcieńczające stosować inne trwałe substancje o temperaturze wrzenia około 200°C, np. uwodornione naftaleny i tym podobne.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania eterów jednoalkylowych pirokatechiny lub jej homologów przez częściowe alkylowanie pirokatechiny w obecności substancji reagujących alkalicznie i w środowisku wysoko-wrzących środków rozcieńczających, np. odpowiedniego eteru dwualkylowego, znamieny tym, że alkylowanie przeprowadza się działając siarczanem dwualkylowym w nieobecności wody.

Stalinovy zavody,
narodni podnik

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych