



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 44579

Kl. 12 q, 14/01

Mgr inż. Romuald Bogoczek

Chorzów, Polska

Sposób otrzymywania ^śczystej pirokatechiny z frakcji pirokatechinowej smoły wylewnej

Patent trwa od dnia 28 sierpnia 1959 r.

Frakcja pirokatechinowa smoły wylewnej zawiera około 60% pirokatechiny, resztę zaś stanowią 4-, i 3-metylopirokatechiny, związki siarkowe i inne.

Wydobycie czystej pirokatechiny z tej mieszaniny jest trudne, ponieważ składniki jej posiadają podobne właściwości chemiczne i fizyczne. Zarówno destylacja frakcjonowana jak i rozdział chemiczny poprzez sole ołowiu i inne, kłopotliwy i stosunkowo drogi, nie dają pożądanego rezultatu. Jeden ze sposobów oczyszczania pirokatechiny polega na ekstrakcji octanem butylowym lub izobutylowym, według metody „fenosolwan” (Ullmanns Encyclopädie der technischen Chemie” wyd. III., t. 4, str. 723), jednakże produkt taki nie może być uważany za czysty, gdyż zawiera dość znaczne ilości homologów pirokatechiny.

Inny sposób oczyszczania pirokatechiny polega na krystalizacji w benzenie i w chloroformie. Stwierdzono, że frakcja pirokatechinowa kry-

stalizowana w alkilobenzenie ulega poważnemu wzbogaceniu w składnik główny, dając produkt o temperaturze topnienia nie przekraczającej z reguły 90°C, lecz nadający się już do dalszych syntez, np. do syntezy gwajakolu, weratrolu, guetolu i innych. Jako alkilobenzen można stosować toluen, ksylen lub etylobenzen. Dalsze wzbogacenie i całkowite oczyszczenie uzyskuje się poprzez następną krystalizację, przeprowadzoną z chlorowcopochodnych etanu lub etyleny, jak np. „tetra”, „tri”, chlorek etylenu, chlorek etylidenu. W porównaniu ze sposobem, w którym jako rozpuszczalnik stosuje się benzen, sposób według wynalazku wykazuje tę korzyść, że alkilobenzen, np. toluen, znacznie lepiej od benzenu rozpuszcza homologów pirokatechiny w porównaniu z samą pirokatechiną. Jak wiadomo, produkt krystalizujący jest tym czystszy, im z bardziej rozcieńczonego roztworu on krystalizuje. W przypadku stosowania alkilobenzenu można stosować znacznie bardziej roz-

cięższe roztwory, które można następnie ochłodzić dostatecznie nisko w celu wykrystalizowania znacznej ilości pirokatechiny (w ługach pokryształizacyjnych pozostaje część pirokatechiny z dużą ilością jej homologów i innych zanieczyszczeń w stosunkach charakterystycznych dla danego rozpuszczalnika i temperatury wymrażania). W przypadku stosowania benzenu nie można uczynić tego samego, gdyż benzen krzepnie już w temperaturze $+5^{\circ}\text{C}$. Zdarza się, że w przypadku stosowania alkilobenzenu wystarczy tylko jedna krystalizacja, czego nie można osiągnąć przy stosowaniu benzenu.

Temperatura topnienia pirokatechiny, otrzymanej sposobem według wynalazku, jest wyższa od 102°C . Wydajność bez wykorzystywania ługów pokryształizacyjnych w stosunku do frakcji pirokatechinowej wynosi 25 do 30%. Kolejność stosowania wyżej wymienionych rozpuszczalników może być zmieniona. W przypadku wyjątkowo trudnych do usunięcia zanieczyszczeń frakcji pirokatechinowej można zastosować kilkakrotną krystalizację w obu rodzajach rozpuszczalników. W innych zaś przypadkach można się ograniczyć do jedno — lub kilkakrotnej krystalizacji jednego rodzaju rozpuszczalnika. Przykład. 10 kg frakcji pirokatechinowej o zawartości około 60% głównego składnika zada-

je się 5 kg. etylobenzenu i ogrzewa mieszając do rozpuszczenia, po czym chłodzi się w temperaturze od 10°C do 0°C w ciągu 8 godzin, mieszając lekko co pewien czas, a następnie odsączając masę krystaliczną tak, aby podczas sączenia temperatura nie przekroczyła 0°C . Kryształy przemywa się świeżym rozpuszczalnikiem o temperaturze około -10°C , a następnie rozpuszcza w dwóch litrach chlorku etylenu. Po ośmiodzinowym chłodzeniu w temperaturze -10°C odsącza się masę krystaliczną, przemywając świeżym rozpuszczalnikiem o temperaturze -10°C . Po wysuszeniu, otrzymuje się około 3 kg czystej pirokatechiny o temperaturze topnienia powyżej 103°C .

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania czystej pirokatechiny z frakcji pirokatechinowej smoły wylewnej, znamienny tym, że frakcję tę poddaje się krystalizacji w alkilobenzenach i chlorowco-pochodnych etanu lub etylenu, przy czym proces krystalizacji prowadzi się jedno lub wielokrotnie, ewentualnie tylko w jednym z wyżej wymienionych rozpuszczalników.

Mgr inż. Romuald Bogoczek