



# (12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 109400447 A

(43)申请公布日 2019.03.01

(21)申请号 201811349053.9

(22)申请日 2018.11.13

(71)申请人 科利生物科技(徐州)有限公司  
地址 221300 江苏省徐州市邳州经济开发区沂蒙山东路东侧

(72)发明人 尤家栋

(51)Int.Cl.  
C07C 37/055(2006.01)  
C07C 39/10(2006.01)

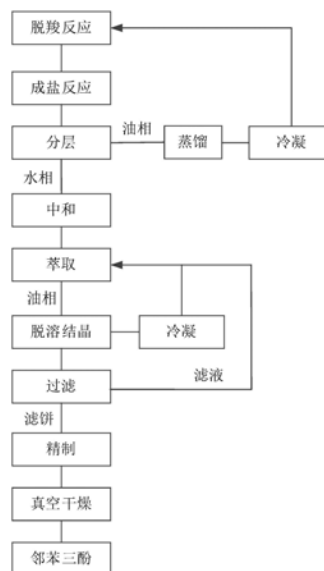
权利要求书1页 说明书5页 附图1页

## (54)发明名称

邻苯三酚的制备方法

## (57)摘要

本发明属于新材料领域,具体涉及一种邻苯三酚的制备方法,包括:脱羧反应;成盐反应;分层为油相、水相,并中和水相;对中和后的水相进行萃取;对萃取液进行脱溶结晶;对脱溶结晶的产物进行过滤精制;以及过滤干燥。具有效率高、取料简单、节约成本、绿色环保的优点。



1. 一种邻苯三酚的制备方法,其特征在于,包括:  
脱羧反应;  
成盐反应;  
分层为油相、水相,并中和水相;  
对中和后的水相进行萃取;  
对萃取液进行脱溶结晶;  
对脱溶结晶的产物进行过滤精制;以及  
过滤干燥。
2. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,  
将十二烷烃和/或十四烷烃和3,4,5-三羟基苯甲酸加入反应釜中,加热以进行所述脱羧反应。
3. 根据权利要求2所述的制备方法,其特征在于,  
所述脱羧反应的加热温度为150-170°C。
4. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,  
将脱羧反应的产物移入成盐中和釜中,并加入适量水和碳酸钠,以进行所述成盐反应。
5. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,  
所述分层为油相、水相,并中和水相的方法包括:  
向成盐中和釜中加入水并静置分层,即上层为油相,下层为水相;  
将油相、水相分离;以及  
在水相中加入酸性物质进行中和反应。
6. 根据权利要求5所述的制备方法,其特征在于,  
在中和反应后,所述水相的PH为5。
7. 根据权利要求5所述的制备方法,其特征在于,  
所述对中和后的水相进行萃取的方法包括:分多次向中和后的水相中加入甲基叔丁基醚进行萃取,并在静置后获取萃取液。
8. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,  
所述脱溶结晶的温度为55-60°C。
9. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,  
所述对脱溶结晶的产物进行过滤精制的方法包括:  
对脱溶结晶的产物进行过滤;  
将滤饼和石油醚加入精制釜中,进行冷却结晶。
10. 根据权利要求9所述的制备方法,其特征在于,  
所述却结晶的温度为60-90°C,加热时间为1-2h。

## 邻苯三酚的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及新材料领域,具体涉及一种邻苯三酚的制备方法。

### 背景技术

[0002] 随着电子信息产业的发展,光刻胶及其制备材料在不断创新,将邻苯三酚用作电影胶片的显影剂已是行业内的现有技术,邻苯三酚的纯度和制备成本都影响着光刻胶的竞争力。然而目前的邻苯三酚是通过五倍子(一种昆虫尸体)提取制造成没食子酸,再转化为焦性没食子酸。由于五倍子仅生活在海拔1500-2000米的高原森林,收集难度大,并且受到季节的影响,所以产量很难保证。在提取过程中,还有许多性质与没食子酸性化学性质相近的杂质很难分离干净,产品的纯度不容易保证,往往需要反复重结晶提纯。不仅浪费大量的资源,也容易造成大量的废弃物排放。所以,探索高效率、高纯度的邻苯三酚的化学合成路线一直是该领域研究的热点和重点。

### 发明内容

[0003] 本发明的目的是提供一种邻苯三酚的制备方法,以提高邻苯三酚的纯度。

[0004] 为了解决上述技术问题,本发明提供了一种邻苯三酚的制备方法,包括:脱羧反应;成盐反应;分层为油相、水相,并中和水相;对中和后的水相进行萃取;对萃取液进行脱溶结晶;对脱溶结晶的产物进行过滤精制;以及过滤干燥。

[0005] 进一步,将十二烷烃和/或十四烷烃和3,4,5-三羟基苯甲酸加入反应釜中,加热以进行所述脱羧反应。

[0006] 进一步,所述脱羧反应的加热温度为150-170℃。优选为160℃。

[0007] 进一步,将脱羧反应的产物移至成盐中和釜,并加入适量水和碳酸钠,以进行所述成盐反应。

[0008] 进一步,所述分层为油相、水相,并中和水相的方法包括:向成盐中和釜中加入水并静置分层,即上层为油相,下层为水相;将油相、水相分离;以及在水相中加入酸性物质进行中和反应。

[0009] 进一步,在中和反应后,所述水相的PH为5。

[0010] 进一步,所述对中和后的水相进行萃取的方法包括:分多次向中和后的水相中加入甲基叔丁基醚进行萃取,并在静置后获取萃取液。

[0011] 进一步,所述脱溶结晶的温度为55-60℃。

[0012] 进一步,所述对脱溶结晶的产物进行过滤精制的方法包括:对脱溶结晶的产物进行过滤;将滤饼和石油醚加入精制釜中,进行冷却结晶。

[0013] 进一步,所述却结晶的温度为60-90℃,加热时间为1-2h。

[0014] 本发明的有益效果是,本发明的制备方法通过依次进行的脱羧反应、成盐反应,并将反应产物经过多次分层萃取,最后精制干燥形成邻苯三酚,提高了邻苯三酚的纯度。此外,制备过程中多次分层萃取的剩余物可以重复利用,减小浪费,节约了成本。

## 附图说明

[0015] 下面结合附图和实施例对本发明进一步说明。

[0016] 图1是本发明的制备方法的工艺流程框图。

## 具体实施方式

[0017] 现在结合附图对本发明作进一步详细的说明。

[0018] 如图1所示,本申请提供了一种邻苯三酚的制备方法,包括:脱羧反应;成盐反应;分层为油相、水相,并中和水相;对中和后的水相进行萃取;对萃取液进行脱溶结晶;对脱溶结晶的产物进行过滤精制;以及过滤干燥。现列举部分实施例对制备方法的各制备工序进行具体描述。

[0019] 实施例1

(1)脱羧反应。

[0020] 将十二烷烃加入反应釜中,打开搅拌,然后再加入3,4,5-三羟基苯甲酸(没食子酸),升温至160℃进行脱羧反应。在脱羧反应期间会产生大量的CO<sub>2</sub>气体,保持反应釜为160℃,直到CO<sub>2</sub>气体微量产生或不产生,说明以脱羧反应完成。当然,为了加快反应速度,也可以向反应釜中加入催化剂,例如但不限于碱石灰(CaO+NaOH)或固体氢氧化钠。温度是影响此脱羧反应的主要因素。温度越高,脱羧反应的速度越快。

[0021] (2)成盐反应。

[0022] 在脱羧反应完成后,将脱羧反应的产物移至成盐中和釜,用泵向成盐中和釜中加入适量水和碳酸钠,搅拌3h。

[0023] (3)分层为油相、水相,并中和水相。

[0024] 在成盐反应完成后,向反应釜中加入纯水静置分层,即上层为油相,下层为水相;将油相、水相分离;在水相中加入盐酸进行中和反应,调节水相的PH为5;油相(十二烷烃)经过蒸馏、冷凝,进入回收釜中进行回收,可再次进行脱羧反应。当然,如果在脱羧反应中使用催化剂,还需要在静置分层前将催化剂过滤。

[0025] (4)对中和后的水相进行萃取。

[0026] 分3次向中和后的水相中加入甲基叔丁基醚进行萃取,并在萃取后静置分层,获取上层油相为萃取液。

[0027] (5)对萃取液进行脱溶结晶。

[0028] 常压下控制脱溶结晶的温度为58℃,以脱除甲基叔丁基醚,并经过冷凝后再次利用。为了提高萃取液的纯度,可以在脱溶结晶前对上层油相加水洗涤,同时将洗涤后的水相进入废水处理系统。

[0029] (6)对脱溶结晶的产物进行过滤精制。

[0030] 对脱溶结晶的产物进行过滤;将滤饼和石油醚加入精制釜中,进行冷却结晶。控制精制釜内的温度为60℃,加热回流1h。而将滤液重新进行萃取。

[0031] (7)过滤干燥。

[0032] 对冷却结晶的产物进行过滤,然后采用双锥真空干燥机进行干燥,控制干燥温度为80℃,压力为0.085MPa,干燥3h左右。

[0033] 实施例2

## (1) 脱羧反应。

[0034] 将十四烷烃加入反应釜中,打开搅拌,然后再加入3,4,5-三羟基苯甲酸(没食子酸),升温至150℃进行脱羧反应。在脱羧反应期间会产生大量的CO<sub>2</sub>气体,保持反应釜为150℃,直到CO<sub>2</sub>气体微量产生或不产生,说明以脱羧反应完成。当然,为了加快反应速度,也可以向反应釜中加入催化剂,例如但不限于碱石灰(CaO+NaOH)或固体氢氧化钠。

[0035] (2) 成盐反应。

[0036] 在脱羧反应完成后,将脱羧反应的产物移至成盐中和釜,用泵向成盐中和釜中加入适量水和碳酸钠,搅拌3h。

[0037] (3) 分层为油相、水相,并中和水相。

[0038] 在成盐反应完成后,向反应釜中加入纯水静置分层,即上层为油相,下层为水相;将油相、水相分离;在水相中加入盐酸进行中和反应,调节水相的PH为5;油相(十四烷烃)经过蒸馏、冷凝,进入回收釜中进行回收,可再次进行脱羧反应。当然,如果在脱羧反应中使用催化剂,还需要在静置分层前将催化剂过滤。

[0039] (4) 对中和后的水相进行萃取。

[0040] 分3次向中和后的水相中加入甲基叔丁基醚进行萃取,并在萃取后静置分层,获取上层油相为萃取液。

[0041] (5) 对萃取液进行脱溶结晶。

[0042] 常压下控制脱溶结晶的温度为60℃,以脱除甲基叔丁基醚,并经过冷凝后再次利用。为了提高萃取液的纯度,可以在脱溶结晶前对上层油相加水洗涤,同时将洗涤后的水相进入废水处理系统。

[0043] (6) 对脱溶结晶的产物进行过滤精制。

[0044] 对脱溶结晶的产物进行过滤;将滤饼和石油醚加入精制釜中,进行冷却结晶。控制精制釜内的温度为90℃,加热回流1h。而将滤液重新进行萃取。

[0045] (7) 过滤干燥。

[0046] 对冷却结晶的产物进行过滤,然后采用双锥真空干燥机进行干燥,控制干燥温度为80℃,压力为0.085MPa,干燥3h左右。

[0047] 实施例3

## (1) 脱羧反应。

[0048] 将十二烷烃加入反应釜中,打开搅拌,然后再加入3,4,5-三羟基苯甲酸(没食子酸),升温至170℃进行脱羧反应。在脱羧反应期间会产生大量的CO<sub>2</sub>气体,保持反应釜为170℃,直到CO<sub>2</sub>气体微量产生或不产生,说明以脱羧反应完成。当然,为了加快反应速度,也可以向反应釜中加入催化剂,例如但不限于碱石灰(CaO+NaOH)或固体氢氧化钠。

[0049] (2) 成盐反应。

[0050] 在脱羧反应完成后,将脱羧反应的产物移至成盐中和釜,用泵向成盐中和釜中加入适量水和碳酸钠,搅拌3h。

[0051] (3) 分层为油相、水相,并中和水相。

[0052] 在成盐反应完成后,向反应釜中加入纯水静置分层,即上层为油相,下层为水相;将油相、水相分离;在水相中加入盐酸进行中和反应,调节水相的PH为5;油相(十二烷烃)经过蒸馏、冷凝,进入回收釜中进行回收,可再次进行脱羧反应。当然,如果在脱羧反应中使用

催化剂,还需要在静置分层前将催化剂过滤。

[0053] (4)对中和后的水相进行萃取。

[0054] 分3次向中和后的水相中加入甲基叔丁基醚进行萃取,并在萃取后静置分层,获取上层油相为萃取液。

[0055] (5)对萃取液进行脱溶结晶。

[0056] 常压下控制脱溶结晶的温度为55℃,以脱除甲基叔丁基醚,并经过冷凝后再次利用。为了提高萃取液的纯度,可以在脱溶结晶前对上层油相加水洗涤,同时将洗涤后的水相进入废水处理系统。

[0057] (6)对脱溶结晶的产物进行过滤精制。

[0058] 对脱溶结晶的产物进行过滤;将滤饼和石油醚加入精制釜中,进行冷却结晶。控制精制釜内的温度为90℃,加热回流1h。而将滤液重新进行萃取。

[0059] (7)过滤干燥。

[0060] 对冷却结晶的产物进行过滤,然后采用双锥真空干燥机进行干燥,控制干燥温度为80℃,压力为0.085MPa,干燥3h左右。

[0061] 实施例4

(1)脱羧反应。

[0062] 将十二烷烃和十四烷烃加入反应釜中,打开搅拌,然后再加入3,4,5-三羟基苯甲酸(没食子酸),升温至160℃进行脱羧反应。在脱羧反应期间会产生大量的CO<sub>2</sub>气体,保持反应釜为160℃,直到CO<sub>2</sub>气体微量产生或不产生,说明以脱羧反应完成。当然,为了加快反应速度,也可以向反应釜中加入催化剂,例如但不限于碱石灰(CaO+NaOH)或固体氢氧化钠。

[0063] (2)成盐反应。

[0064] 在脱羧反应完成后,将脱羧反应的产物移至成盐中和釜,用泵向成盐中和釜中加入适量水和碳酸钠,搅拌3h。

[0065] (3)分层为油相、水相,并中和水相。

[0066] 在成盐反应完成后,向反应釜中加入纯水静置分层,即上层为油相,下层为水相;将油相、水相分离;在水相中加入盐酸进行中和反应,调节水相的PH为5;油相(十二烷烃和十四烷烃的混合物)经过蒸馏、冷凝,进入回收釜中进行回收,可再次进行脱羧反应。当然,如果在脱羧反应中使用催化剂,还需要在静置分层前将催化剂过滤。

[0067] (4)对中和后的水相进行萃取。

[0068] 分3次向中和后的水相中加入甲基叔丁基醚进行萃取,并在萃取后静置分层,获取上层油相为萃取液。

[0069] (5)对萃取液进行脱溶结晶。

[0070] 常压下控制脱溶结晶的温度为55℃,以脱除甲基叔丁基醚,并经过冷凝后再次利用。为了提高萃取液的纯度,可以在脱溶结晶前对上层油相加水洗涤,同时将洗涤后的水相进入废水处理系统。

[0071] (6)对脱溶结晶的产物进行过滤精制。

[0072] 对脱溶结晶的产物进行过滤;将滤饼和石油醚加入精制釜中,进行冷却结晶。控制精制釜内的温度为90℃,加热回流1h。而将滤液重新进行萃取。

[0073] (7)过滤干燥。

[0074] 对冷却结晶的产物进行过滤,然后采用双锥真空干燥机进行干燥,控制干燥温度为80℃,压力为0.085MPa,干燥3h左右。

[0075] 综上所述,本申请的制备方法通过依次进行的脱羧反应、成盐反应,并将反应产物经过多次分层萃取,最后经过脱溶结晶、过滤精制和精过滤干燥制备邻苯三酚,提高了邻苯三酚的纯度;在制备过程中,制备原料和加入的物质,例如十二烷烃、十四烷烃、除甲基叔丁基醚等,不受季节限制,提高了产量的稳定性,同时还可以通过分层萃取后继续使用,降低了生产成本;各制备工序依次进行,可以减小生产时间,提高生产效率。因此,本制备方法具有效率高、取料简单、节约成本、绿色环保的优点,其制备的邻苯三酚具有纯度高、杂质少的特点。

[0076] 以上述依据本发明的理想实施例为启示,通过上述的说明内容,相关工作人员完全可以在不偏离本项发明技术思想的范围内,进行多样的变更以及修改。本项发明的技术性范围并不局限于说明书上的内容,必须要根据权利要求范围来确定其技术性范围。

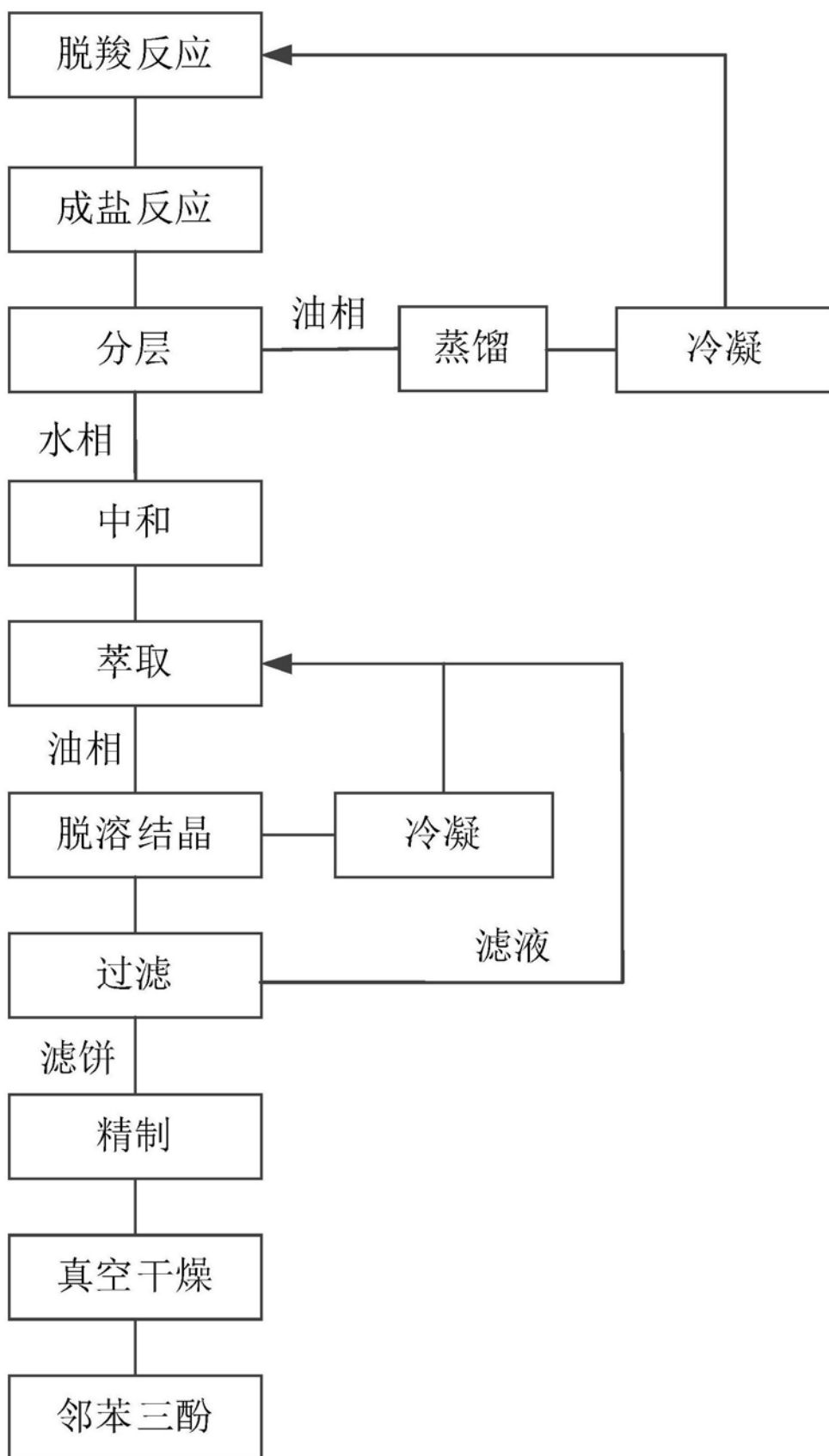


图1