



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ **OPIS PATENTOWY**

Nr 40062

Kl. 12q, 32/10

Spółdzielnia Pracy Chemiczno-Wytwórcza »Spoiwo«*)

Radom, Polska

Sposób wytwarzania metylo-p-aminofenolu (metolu) przez rozkład termiczny p-oksyfenyloglicyny

Patent trwa od dnia 24 stycznia 1956 r.

Znane są liczne sposoby wytwarzania metolu przez rozkład termiczny p-oksyfenyloglicyny.

W sposobach tych jako środowisko rozkładu stosuje się trudno dostępne związki alifatyczne lub aromatyczne o charakterze ketonowym. Znane jest także przeprowadzanie rozkładu p-oksyfenyloglicyny w środowisku krezolu. Sposób ten jednak wykazuje tę niedogodność, iż produkt końcowy jest w wysokim stopniu zamieszczony żywicami. Dalszą wadą tego sposobu jest powstawanie w czasie rozkładu związków trujących. Do znanych sposobów rozkładu termicznego p-oksyfenyloglicyny należy również przeprowadzanie tego rozkładu w środowisku mieszaniny składającej się z 87% chlorobenzenu i 13% cykloheksanonu.

Rozkład prowadzony w tych warunkach trwa stosunkowo długo bo 12—14 godzin, przy czym rozkładowi ulega tylko około 30% p-oksyfeny-

loglicyny. Otrzymany produkt reakcji jest zanieczyszczony żywicami, które powstają w czasie długotrwałego ogrzewania. W związku z tym spada również wydajność reakcji.

Stwierdzono, że przez odpowiedni dobór środowiska rozkładu dla p-oksyfenyloglicyny można wpłynąć na wydajność (co najmniej dwukrotne) zwiększenie wydajności metolu, znaczne skrócenie czasu reakcji, przy czym otrzymuje się produkt o wysokiej czystości. Sposób według wynalazku polega na przeprowadzaniu termicznego rozkładu p-oksyfenyloglicyny w środowisku mieszaniny składającej się z

80 części wagowych cykloheksanonu

10 części wagowych chlorobenzenu

i 10 części wagowych p-dwuchlorobenzenu,

przy czym rozkład prowadzi się w temperaturze 145°—152°C.

Istotne dla sposobu według wynalazku jest również wprowadzenie p-oksyfenyloglicyny w stanie suchym i sproszkowanym do środowiska rozkładu.

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest inż. mgr Mieczysław Drozdewicz.

Przykład. Do kolby 10-litrowej wprowadza się 5 kg mieszaniny utworzonej z 80 części wagowych cykloheksanonu, 10 części wagowych chlorobenzenu i 10 części wagowych dwuchlorobenzenu. Mieszaninę ogrzewa się do temperatury około 135°C po czym dodaje po uprzednim wprowadzeniu w ruch mieszadła 1 kg oksyfenyloglicyny. Następnie podnosi się temperaturę do około 152°C i utrzymuje ją przez 3—4 godziny aż do całkowitego rozkładu p-oksyfenyloglicyny. Po tym czasie zawartość kolby studzi się do temperatury 110°C i przenosi do naczynia, w którym traktuje się masą 3 kg 20% kwasu siarkowego. Następuje rozdział na 2 warstwy, wodną, zawierającą metol, oraz na rozpuszczalnik, który stanowi mieszanina azeotropowa, według wynalazku.

Warstwę wodną, oddzieloną od rozpuszczalnika wyklóca się następnie z trójchloroetanem w celu oczyszczenia jej od żywic. Następnie wolny od żywic wodny roztwór zadaje się w celu odbarwienia węglem aktywnym, niewielką ilością pyłu cynkowego i kwaśnego siarczynu sodowego i ogrzewa do temperatury około 95°C. Po przesączeniu roztwór odparowuje się do 1/3 objętości,

chłodzi i pozostawia do krystalizacji. Wykrystalizowany produkt (po odsączeniu) suszy się w temperaturze 50°C.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania siarczanu metylo-p-amino-fenolu (metolu) przez rozkład termiczny p-oksyfenyloglicyny znamienny tym, że rozkład przeprowadza się w środowisku, który stanowi mieszaninę azeotropową o składzie 80% cykloheksanonu, 10% chlorobenzenu i 10% p-dwuchlorobenzenu, przy czym temperaturę rozkładu utrzymuje się w granicach 145—152°C.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że p-oksyfenyloglicynę wprowadza się do mieszaniny cykloheksanonu, chlorobenzenu i p-dwuchlorobenzenu w stanie suchym i sproszkowanym.

Spółdzielnia Pracy
Chemiczno-Wytwórcza „Spoiwo“

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych