



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103333052 B

(45) 授权公告日 2015. 07. 29

(21) 申请号 201310317583. 6

(22) 申请日 2013. 07. 25

(73) 专利权人 北京旭阳化工技术研究院有限公司

地址 100070 北京市丰台区南四环西路 188 号五区 21 号楼

(72) 发明人 杨雪岗 张敏生 彭永兴 孙长江

(74) 专利代理机构 北京金信知识产权代理有限公司 11225

代理人 朱梅 钱程

(51) Int. Cl.

C07C 39/07(2006. 01)

C07C 37/68(2006. 01)

C07C 37/86(2006. 01)

(56) 对比文件

CN 102167658 A, 2011. 08. 31, 说明书第 6-14 段.

GB 107961 A, 1918. 03. 04, 说明书第 1 页第

22-25 行, 实施例 1-4.

邓国才等. 对甲酚与间甲酚的分离. 《天津化工》. 1995, (第 4 期), 第 13 页第 2 小节.

吕小林. 络合分离提纯间甲酚的工艺研究. 《中国优秀硕士学位论文全文数据库 工程科技 I 辑》. 2012, (第 5 期), 正文第 11、12、17、18 和 27-32 页.

审查员 吴志威

权利要求书 2 页 说明书 6 页

(54) 发明名称

一种分离工业间对混甲酚以制备纯对甲酚和纯间甲酚的方法

(57) 摘要

本发明涉及一种分离工业间对混甲酚以制备纯对甲酚和纯间甲酚的方法, 具体而言, 本发明涉及一种以工业间对混甲酚为原料, 通过络合分离法制备纯对甲酚、纯间甲酚的方法。相对于先前的分离方法, 本方法一次可得到对甲酚产品和间甲酚产品, 通过耦合对甲酚分离和间甲酚分离工艺, 将间甲酚提取原料中间对甲酚的比例拉大, 同时剩余的间对甲酚循环分离, 从而最大限度地提高了间甲酚的提取效率; 整个分离工艺不产生三废, 常压操作, 设备要求低, 属于环境亲和的绿色分离工艺方法。

1. 一种通过络合萃取结晶分离提纯对甲酚、间甲酚的方法,其特征在于,该方法包括以下步骤:

A、对甲酚提取:

A1) 络合结晶:向反应器中加入络合剂草酸,再加入溶剂环己烷,之后加入原料混甲酚,通过水浴加热至溶液沸腾,反应 0.5 ~ 5 小时后,在 4 ~ 15°C 低温结晶 2 ~ 4 小时;

A2) 固液分离洗涤:通过过滤将晶体和滤液进行分离,并使用 8 ~ 15°C 的环己烷洗涤晶体,得到滤液和白色细颗粒状的对甲酚络合晶体,其中滤液为溶剂与混甲酚 1 的混合物;

A3) 解络:将晶体加入到甲苯中进行解络,通过 60-85°C 的油浴或水浴加热,1 ~ 2 小时之后趁热过滤,得到固体为络合剂草酸,滤液为甲苯与对甲酚的混合物;

A4) 精馏:将步骤 A3 中得到的滤液,即对甲酚与甲苯的混合物,经过减压精馏分离,得到纯度 99% 以上的对甲酚和甲苯,甲苯可重复利用;

A5) 将步骤 A2 中得到的滤液进行减压精馏分离可得到溶剂和混甲酚 1,以及在原料中含有二甲酚产品的情况下,还包含二甲酚产品,溶剂可重复利用,混甲酚 1 进入间甲酚提取步骤;

B、间甲酚提取:

B1) 络合结晶:向反应器中加入上述对甲酚提取步骤中的混甲酚 1,再加入尿素,通过 70 ~ 95°C 的水浴或油浴加热,40 ~ 80 分钟后冷却,加入环己烷,之后在 0 ~ 8°C 下低温结晶 2 ~ 4 小时;

B2) 固液分离洗涤:利用真空抽滤装置对晶体和滤液进行分离,并使用 0 ~ 8°C 的环己烷对晶体洗涤,得到白色针状的间甲酚尿素络合晶体和滤液,其中滤液为环己烷和混甲酚 2 的混合物;

B3) 解络:将络合晶体抽干后加入甲苯,在 60-85°C 水浴或油浴中加热,1 ~ 2 小时之后趁热过滤,得到固体为尿素,可重复使用,滤液为间甲酚和甲苯的混合物;

B4) 精馏:将步骤 B3 中的滤液,即间甲酚与甲苯的混合物,经过减压精馏分离,得到纯度 99% 以上的间甲酚和甲苯,甲苯可重复使用;

B5) 将步骤 B2 中得到的滤液,即环己烷和混甲酚 2 的混合物,经过减压精馏分离,得到环己烷和混甲酚 2,以及在原料中含有二甲酚产品的情况下,还包含二甲酚产品,环己烷可重复使用,混甲酚 2 重复上述步骤进行对甲酚提取,再次进入整个分离流程。

2. 根据权利要求 1 所述的方法,其特征在于,所述步骤 A 与步骤 B 反复进行,即可将对甲酚与间甲酚全部分离。

3. 根据权利要求 1 所述的方法,其特征在于,在所述步骤 A 中,对甲酚提取中的原料混甲酚含有间甲酚 0.5wt%-90wt%,对甲酚 5wt%-99.5wt%,2,4-二甲酚 0-10wt%,2,5-二甲酚 0-8wt%,剩余为邻甲酚、苯酚及 2-乙基酚,以及在所述步骤 A1 中,络合剂草酸的加入量为原料中对甲酚摩尔量的 0.6-1 倍,在所述步骤 A3 中,甲苯的加入量为固体质量的 1-3 倍。

4. 根据权利要求 3 所述的方法,其特征在于,在所述步骤 A1 中,络合剂草酸的加入量为原料中对甲酚摩尔量的 0.6-0.8 倍。

5. 根据权利要求 1 所述的方法,其特征在于,在所述步骤 B1 中,络合剂尿素的加入量为原料混甲酚 1 中间甲酚摩尔量的 0.8-1.6 倍,通过水浴或油浴加热升温至 80-85°C,环己烷

的加入量为原料间对混甲酚体积的 1-2 倍 ;且在所述步骤 B3 中,甲苯的加入量为结晶固体质量的 1-3 倍。

6. 根据权利要求 1 所述的方法,其特征在于,在所述步骤 B1 中,络合剂尿素的加入量为原料混甲酚 1 中间甲酚摩尔量的 0.8-1.4 倍。

## 一种分离工业间对混甲酚以制备纯对甲酚和纯间甲酚的方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种分离工业间对混甲酚以制备纯对甲酚和纯间甲酚的方法,具体而言,本发明涉及一种以工业间对混甲酚为原料,通过络合分离法制备纯对甲酚、纯间甲酚的方法。

### 背景技术

[0002] 甲酚的三种同分异构体(邻甲酚、对甲酚和间甲酚)都是重要的化工原料,但因其各项性质非常接近,尤其是对甲酚和间甲酚,两种甲酚的常压沸点仅差 0.5 度,很难以精馏的方式进行分离,结晶分离和萃取精馏的方式又会消耗大量的能源,效率低下,成本过高。通过煤化工粗酚精制或化工合成制取的甲酚基本都是间甲酚和对甲酚的混合物,这种间对甲酚的混合物绝大部分用于生产聚酯漆包线等低附加值应用的领域,未能充分利用间甲酚和对甲酚的价值,尤其是间甲酚,国内的产量供不应求,每年都需要大量进口才能满足国内日益增长的维生素 E 和新型农药生产的原料需求;同样,对甲酚产品随着使用量的逐年增加,价格也在逐年上升。

[0003] 间甲酚和对甲酚由于沸点非常接近而很难通过普通精馏分离。目前间甲酚和对甲酚的分离方法可分为物理方法和化学方法两大类。物理方法有共沸蒸馏法、高压结晶分离法和分子筛吸附分离法;化学方法有类螯合物分离法、烷基化分离法等。其中,共沸蒸馏法是在对甲酚钠的存在下,对甲酚可与水共沸蒸出,但是该方法能耗太大;高压结晶分离法需要 100-300MPa 的压力,对设备要求太高,投资太大;分子筛吸附分离法由于分子筛选择和制备困难,并且吸附量有限,采用的也较少;烷基化分离法需要烷基化和脱烷基、高真空精馏等,设备较为复杂,投资较大,成本较高;类螯合物分离法操作简单,原料易得,且各种原料可循环利用。

[0004] 已知有一些现有技术,如《辽宁化工》1977 年 04 期,8-13;化学研究与应用,第 15 卷第 6 期,871-872;专利文献 US3855195, CN1127241A, JP1287049A 等涉及到类螯合物分离法分离间甲酚和对甲酚,但其分离的最终目的仅是分离得到间甲酚或是对甲酚单一产品,而剩余的间对混甲酚,均未提及进一步的处理方案,如果该部分不能进一步提纯,以混合物的形式低价出售,则是不经济的。上述文章或专利均未涉及到一次分离同时得到间甲酚产品和对甲酚产品的整合全流程工艺。

### 发明内容

[0005] 本发明为一种绿色、经济的通过络合萃取结晶分离提纯对甲酚、间甲酚的方法,其特征在于,该方法包括以下步骤:

[0006] A、对甲酚提取:

[0007] A1) 络合结晶:向反应器中加入络合剂草酸,再加入溶剂环己烷或石油醚(沸程 60-90℃),之后加入原料混甲酚,通过水浴加热至溶液沸腾,反应 0.5 ~ 5 小时后,在 4 ~

15℃低温结晶 2 ~ 4 小时。

[0008] A2) 固液分离洗涤 : 通过过滤将晶体和滤液进行分离, 并使用 8 ~ 15℃ 的环己烷或石油醚(沸程 60-90℃) 洗涤晶体, 得到滤液和白色细颗粒状的对甲酚络合晶体, 其中滤液为溶剂与混甲酚 1 的混合物;

[0009] A3) 解络 : 将晶体加入到甲苯中进行解络, 通过 60-85℃ 的油浴或水浴加热, 1 ~ 2 小时之后趁热过滤, 得到固体为络合剂草酸, 滤液为甲苯与对甲酚的混合物。

[0010] A4) 精馏 : 将步骤 A3 中得到的滤液, 即对甲酚与甲苯的混合物, 经过减压精馏分离, 得到纯度 99% 以上的对甲酚和甲苯, 甲苯可重复利用。

[0011] B、间甲酚提取 :

[0012] B1) 络合结晶 : 向反应器中加入上述对甲酚提取步骤中的混甲酚 1, 再加入尿素, 通过 70 ~ 95℃ 的水浴或油浴加热, 40 ~ 80 分钟后冷却, 加入环己烷或石油醚, 之后在 0 ~ 8℃ 下低温结晶 2 ~ 4 小时;

[0013] B2) 固液分离洗涤 : 利用真空抽滤装置对晶体和滤液进行分离, 并使用 0 ~ 8℃ 的环己烷或石油醚对晶体洗涤, 得到白色针状的间甲酚尿素络合晶体和滤液, 其中滤液为石油醚或环己烷和混甲酚 2 的混合物;

[0014] B3) 解络 : 将络合晶体抽干后加入甲苯, 在 60-85℃ 水浴或油浴中加热, 1 ~ 2 小时之后趁热过滤, 得到固体为尿素, 可重复使用, 滤液为间甲酚和甲苯的混合物;

[0015] B4) 精馏 : 将步骤 B3 中的滤液, 即间甲酚与甲苯的混合物, 经过减压精馏分离, 得到纯度 99% 以上的间甲酚和甲苯, 甲苯可重复使用。

[0016] 本发明提供的分离提纯对甲酚的方法还可包括如下步骤 :

[0017] A5) 将步骤 A2 中得到的滤液进行减压精馏分离可得到溶剂和混甲酚 1 及二甲酚产品(如果原料中含有), 溶剂可重复利用, 混甲酚 1 进入间甲酚提取步骤;

[0018] 本发明提供的分离提纯间甲酚的方法还可包括以下步骤 :

[0019] B5) 将步骤 B2 中得到的滤液, 即石油醚或环己烷和混甲酚 2 的混合物, 经过减压精馏分离, 得到石油醚或环己烷和混甲酚 2 及二甲酚产品(如果原料中含有), 石油醚或环己烷可重复使用, 混甲酚 2 重复上述步骤进行对甲酚提取, 再次进入整个分离流程。

[0020] 上述步骤 A 与步骤 B 反复进行, 即可将对甲酚与间甲酚全部分离。

[0021] 优选地, 在步骤 A 中, 对甲酚提取中的原料混甲酚含有间甲酚 0.5wt% - 90wt%, 对甲酚 5wt% - 99.5wt%, 2,4 - 二甲酚 0 - 10wt%, 2,5 - 二甲酚 0 - 8wt%, 剩余为邻甲酚、苯酚及 2 - 乙基酚, 在步骤 A1 中, 络合剂草酸的加入量为原料中对甲酚摩尔量的 0.6-1 倍, 优选为 0.6-0.8 倍, 在步骤 A3 中, 甲苯的加入量为固体质量的 1-3 倍。

[0022] 优选地, 在步骤 B1 中, 络合剂尿素的加入量为原料混甲酚 1 中间甲酚摩尔量的 0.8-1.6 倍, 优选为 0.8-1.4 倍, 通过水浴或油浴加热升温至 80-85℃, 石油醚或环己烷的加入量为原料间对混甲酚体积的 1-2 倍; 在步骤 B3 中, 甲苯的加入量为结晶固体质量的 1 - 3 倍。

[0023] 相对于先前的分离方法, 本方法一次可得到对甲酚产品和间甲酚产品, 通过耦合对甲酚分离和间甲酚分离工艺, 将间甲酚提取原料中间对甲酚的比例拉大, 同时剩余的间对甲酚循环分离, 从而最大限度地提高了间甲酚的提取效率; 整个分离工艺不产生三废, 常压操作, 设备要求低, 属于环境亲和的绿色分离工艺方法。

[0024] 本发明首先提取对甲酚,后提取间甲酚,这样的顺序可以使间甲酚实现最大程度的提取,提取效率达到 90% 以上,先提取对甲酚,可以将剩余原料中的间甲酚的百分含量增加,由原来的 40-85wt%,提高至 85% 以上,从而大大提高间甲酚提取效率。此外,本方法在 4 度的结晶温度下即可达到分离效果,而现有技术中的结晶温度需要约零下 10 度,大大节省了能源。与现有技术中使用甲苯等溶剂相比,本发明采用环己烷、石油醚做溶剂,其毒性低且沸点低,利于回收且能提高安全性并节约能源。

### 具体实施方式

[0025] 现通过以下实施例对本发明进行详细描述,但以下实施例仅用于帮助理解本发明,而并不是以任何方式限制本发明的范围。

#### [0026] 实施例 1

[0027] 以工业间对混甲酚(购自于邢台旭阳煤化工有限公司)为原料,其中包括间甲酚(58.5wt%),对甲酚(27.8wt%),2,4-二甲酚(5.7wt%),2,5-二甲酚(4.2wt%),还含有部分邻甲酚、苯酚及 2-乙基酚。首先,向玻璃三口瓶中加入草酸(北化试剂厂),草酸加入的量为原料混甲酚中对甲酚摩尔量的 0.6 倍,再加入溶剂环己烷,环己烷加入的量为混甲酚体积的 1 倍,加热至沸腾,维持 0.5 小时,加入原料混甲酚,保持反应溶液沸腾,维持 2h,停止加热,自然降温,降温至 4℃,保持 4h。过滤,将此固液混合物进行过滤分离,得到对甲酚草酸晶体,滤液为环己烷与副产品混甲酚 1。将得到的对甲酚晶体抽干后,加入到溶剂甲苯中进行解络,甲苯的用量为结晶固体质量的 1 倍,通过油浴或水浴加热至 85℃,维持 2h,趁热过滤,得到固体即为络合剂草酸,滤液为甲苯与对甲酚的混合物;将此甲苯与对甲酚的滤液混合物通过减压精馏,即可得到对甲酚产品和溶剂甲苯,溶剂甲苯可循环使用;将环己烷与副产品混甲酚 1 进行减压精馏分离,得到溶剂环己烷,重复利用;副产品混甲酚 1 作为间甲酚提取的原料。

[0028] 向混甲酚 1 加入络合剂尿素,其加入量与混甲酚 1 中间甲酚的摩尔量比例为 0.6:1,油浴加热至 80℃,恒温 60min。反应完成后,自然降温至 60℃,缓慢加入沸程为 60-90℃的石油醚,石油醚的用量与原料间对混甲酚 1 的体积比为 2:1,加入完毕后将反应液在 4℃冷水浴进行结晶,维持 2 小时;过滤,以冷却至 4℃的沸程 60-90℃石油醚洗涤,用量为原料间对混甲酚体积的 2 倍;滤液精馏回收石油醚和副产品混甲酚 2,结晶固体抽干后加入到甲苯中,甲苯用量为结晶固体质量的 1 倍,60℃油浴加热解络 30min,趁热过滤,得到固体为回收尿素,循环使用;液体为甲苯与间甲酚混合物,精馏分离甲苯既得纯间甲酚,甲苯重复使用。

[0029] 对甲酚提取效率、对甲酚纯度、混甲酚 1 组成及间甲酚提取效率,间甲酚纯度分析结果见表 1。

#### [0030] 实施例 2

[0031] 实验装置和操作同实施例 1,只是间甲酚提取步骤中,尿素的加入量与混甲酚 1 中的间甲酚摩尔量比例为 1:1,对甲酚提取效率、对甲酚纯度、混甲酚 1 组成及间甲酚提取效率,间甲酚纯度分析结果见表 1。

#### [0032] 实施例 3

[0033] 实验装置和操作同实施例 1,只是对甲酚提取步骤中,二水草酸更换为无水草酸,

加入无水草酸的摩尔量不变;间甲酚提取的步骤中,尿素的加入量与混甲酚 1 中的间甲酚摩尔量比例变为 1:1,对甲酚提取效率、对甲酚纯度、混甲酚 1 组成及间甲酚提取效率,间甲酚纯度分析结果见表 1。

[0034] 实施例 4

[0035] 实验装置和操作同实施例 1,只是对甲酚提取步骤中,草酸的用量变为原料混甲酚中的对甲酚摩尔质量的 0.7 倍,对甲酚提取效率、对甲酚纯度、混甲酚 1 组成及间甲酚提取效率,间甲酚纯度分析结果见表 1。

[0036] 实施例 5

[0037] 实验装置和操作同实施例 1,只是在间甲酚提取步骤中,间甲酚结晶操作中,结晶温度改为 10℃,对甲酚提取效率、对甲酚纯度、混甲酚 1 组成及间甲酚提取效率,间甲酚纯度分析结果见表 1。

[0038] 实施例 6

[0039] 实验装置和操作同实施例 4,只是在间甲酚提取步骤中,尿素的加入量与混甲酚 1 中的间甲酚摩尔量比例变为 1.1:1,对甲酚提取效率、对甲酚纯度、混甲酚 1 组成及间甲酚提取效率,间甲酚纯度分析结果见表 1。

[0040] 实施例 7

[0041] 实验装置和操作同实施例 1,只是对甲酚提取步骤中,草酸的用量变为原料混甲酚中的对甲酚摩尔量的 0.75 倍,对甲酚提取效率、对甲酚纯度、混甲酚 1 组成及间甲酚提取效率,间甲酚纯度分析结果见表 1。

[0042] 实施例 8

[0043] 实验装置和操作同实施例 1,只是对甲酚提取步骤中,草酸的用量变为原料混甲酚中的对甲酚摩尔量的 0.8 倍,对甲酚提取效率、对甲酚纯度、混甲酚 1 组成及间甲酚提取效率,间甲酚纯度分析结果见表 1。

[0044] 实施例 9

[0045] 实验装置和操作同实施例 1,只是在对甲酚提取步骤中,结晶时间变为 3h,对甲酚提取效率、对甲酚纯度、混甲酚 1 组成及间甲酚提取效率,间甲酚纯度分析结果见表 1。

[0046] 实施例 10

[0047] 实验装置和操作同实施例 1,只是在间甲酚提取步骤中,络合恒温的时间变为 80min,对甲酚提取效率、对甲酚纯度、混甲酚 1 组成及间甲酚提取效率,间甲酚纯度分析结果见表 1。

[0048] 实施例 11

[0049] 实验装置和操作同实施例 6,只是对甲酚提取步骤中,草酸使用回收草酸,加入量不变,对甲酚提取效率、对甲酚纯度、混甲酚 1 组成及间甲酚提取效率,间甲酚纯度分析结果见表 1。

[0050] 实施例 12

[0051] 实验装置和操作同实施例 6,只是间甲酚提取步骤中,尿素使用回收尿素,加入量不变,对甲酚提取效率、对甲酚纯度、混甲酚 1 组成及间甲酚提取效率,间甲酚纯度分析结果见表 1。

[0052] 实施例 13

[0053] 实验装置和操作同实施例 7,只是在间甲酚提取步骤中,,尿素的加入量与混甲酚 1 中的间甲酚摩尔量比例变为 1.2:1,对甲酚提取效率、对甲酚纯度、混甲酚 1 组成及间甲酚提取效率,间甲酚纯度分析结果见表 1

[0054] 实施例 14

[0055] 实验装置和操作同实施例 8,只是在间甲酚提取步骤中,尿素的加入量与混甲酚 1 中的间甲酚摩尔量比例变为 1.4:1,对甲酚提取效率、对甲酚纯度、混甲酚 1 组成及间甲酚提取效率,间甲酚纯度分析结果见表 1。

[0056] 实施例 15

[0057] 实验装置和操作同实施例 14,只是在对甲酚提取步骤中,环己烷更换为沸程 60℃-90℃的石油醚,对甲酚提取效率、对甲酚纯度、混甲酚 1 组成及间甲酚提取效率,间甲酚纯度分析结果见表 1。

[0058] 实施例 16

[0059] 实验装置和操作同实施例 15,只是在间甲酚提取中,沸程 60℃-90℃的石油醚更换为环己烷,对甲酚提取效率、对甲酚纯度、混甲酚 1 组成及间甲酚提取效率,间甲酚纯度分析结果见表 1。

[0060] 对比例 1

[0061] 实验装置和操作同实施例 1,只是对甲酚提取步骤中,络合剂更换为哌嗪,加入摩尔量不变,对甲酚提取效率、对甲酚纯度、混甲酚 1 组成及间甲酚提取效率,间甲酚纯度分析结果见表 1。

[0062] 对比例 2

[0063] 实验装置和操作同实施例 2,只是间甲酚提取步骤中,结晶过程中加入的溶剂更改为甲苯,对甲酚提取效率、对甲酚纯度、混甲酚 1 组成及间甲酚提取效率,间甲酚纯度分析结果见表 1。

[0064] 对甲酚、间甲酚的定性是通过购买标准样品进行对比保留时间得出(间甲酚的保留时间为:15.23min,对甲酚保留时间:14.48min,2,4-二甲酚保留时间 17.92min,2,5-二甲酚保留时间:17.73min。标准试剂:间甲酚纯度>98wt%,GC 分析;对甲酚纯度>99wt%,GC 分析;2,4-二甲酚纯度>95wt%,GC 检测;2,5-二甲酚纯度>98wt%,GC 检测,以上标准试剂均购买于梯希爱(上海)化成工业发展有限公司)。纯度的检测采用的是气相色谱外标曲线法。检测仪器为安捷伦气相色谱 7890,色谱柱为 AB-0B50m×0.32mm×0.25nm。

[0065] 表 1

[0066]

实施例	对甲酚提取	对甲酚纯度	混甲酚 1 间对甲	间甲酚提取	间甲酚纯度
-----	-------	-------	-----------	-------	-------

[0067]

	效率		酚比例	效率	
实施例 1	46.1%	99.07%	3.9:1	63.1%	99.43%
实施例 2	47.5%	99.11%	4.0:1	75.7%	99.35%

实施例 3	48.8%	99.21%	4.1:1	76.2%	99.31%
实施例 4	58.8%	99.17%	5.1:1	65.6%	99.48%
实施例 5	55.3%	99.13%	4.7:1	62.3%	99.51%
实施例 6	58%	99.11%	5.0:1	81.6%	99.34%
实施例 7	65.6%	99.04%	6.1:1	65.3%	99.42%
实施例 8	70%	99.05%	7.0:1	69.3%	99.37%
实施例 9	44.7%	99.24%	3.8:1	61.8%	99.52%
实施例 10	46.2%	99.22%	3.9:1	63.6%	99.51%
实施例 11	58%	99.14%	5.0:1	81.2%	99.42%
实施例 12	58.8%	99.12%	5.1:1	81.3%	99.35%
实施例 13	65.6%	99.08%	6.1:1	85.3%	99.29%
实施例 14	70%	99.03%	7.0:1	90.3%	99.31%
实施例 15	70%	99.05%	7.0:1	91.3%	99.30%
实施例 16	70%	99.02%	7.0:1	90.3%	99.32%
对比例 1	32.3%	98.5%	3.1:1	53.2%	99.26%
对比例 2	47.5	99.04	4.0:1	70.3%	99.25%

[0068] 其中,提取效率表示:对甲酚晶体解络后滤液中含有对甲酚摩尔量同原料中的对甲酚的摩尔量的比值;间甲酚晶体解络后滤液中含有间甲酚的摩尔量同原料中的间甲酚的摩尔量的比值。

[0069] 本发明实现了以下效果:

[0070] 1、络合剂均采用价格低廉的草酸和尿素,降低了原料成本;

[0071] 2、在保证对甲酚提取效率、对甲酚产品纯度的情况下,使用极性较小、沸点较低、价格较低的溶剂环己烷或石油醚,可以在较高的温度下结晶,降低了能耗;

[0072] 3、先提取对甲酚,将剩余混甲酚中间甲酚与对甲酚的比例拉大,提高了间甲酚的提取效率;

[0073] 4、适用原料来源范围广,可以是煤焦油粗酚精制的间对混甲酚,也可以是化学方法合成的间对混甲酚。

[0074] 5、本方法的络合剂草酸、尿素,溶剂环己烷及石油醚均可循环使用,无三废排放,属于环境亲和的绿色工艺。