

ROMANIA OFICIUL DE STAT PENTRU INVENȚII ȘI MĂRCI	BREVET DE INVENȚIE ⁽¹⁹⁾ RO ⁽¹¹⁾ 105328 (12) DESCRIEREA INVENȚIEI	
(21) Cerere de brevet nr: 142152 (22) Data înregistrării: 27.10.89 (51) Complementară la invenția brevet nr: (45) Data publicării: 10.12.94	(51) Int. Cl. ⁴ : C 07 C 39/08	
(56) Cerere internațională (PCT) nr: data: (57) Publicarea cererii internaționale nr: data: (59)	(30) Prioritate: (32) Data: (33) Țara: (31) Certificat nr:	
(71) Solicitant: Institutul de Cercetări Chimice, București (73) Titular: Combinatul Chimic, Făgăraș, județul Brașov (72) Inventor: ing. Calană Elena, ing. Maleescu Ioana, ing. Bota Teofil Dumitru, ing. Sfințescu Claudiu Gheorghe Ioan, București, ing. Barba Victor, ing. Luca Victor, ing. Iacobescu Nicolae, Făgăraș, județul Brașov		

(54) Procedeu pentru extracția și purificarea rezorcinei

(57) Rezumat

Invenția de față se referă la un procedeu pentru extracția și purificarea rezorcinei, ce constă în aceea că se extrage într-o primă etapă rezorcina cu extract recirculat la un raport de soluție apoasă față de solvent cuprins între 1 și 3: 1 la temperaturi de 30 ... 50°C, se îndepărtează apoi din extract într-o a doua etapă, la aceeași temperatură, sărurile de sodiu și impuritățile cu apă,

în raport gravimetric față de extract de 1 : 5 ... 2 și se reextrage într-o a treia etapă rezorcina din rafinat, cu acetat de butil, la un raport soluție apoasă față de solvent cuprins între 1 și 3: 1, de preferință 2: 1, la temperaturi de 30 50°C, urmată de evaporarea peliculară, la temperaturi cuprinse între 140 și 180°C și la o presiune reziduală de 5... 20 torr.

Prezenta invenție se referă la un procedeu pentru extracția și purificarea rezorcinei dintr-o soluție având compoziția de 4 ... 10% rezorcină, 3 ... 5% Na_2SO_4 , 30... 35% benzendisulfonat de sodiu, 2... 3% alte produse secundare și restul apă, obținută prin procedeul topirii alcaline.

Se știe că la sinteza rezorcinei prin procedeul menționat, sarea de sodiu a acidului *m*-benzendisulfonic, după topire alcalină și dizolvare în apă, poate fi tratată pentru punerea în libertate a rezorcinei cu disulfomasa de la sulfonarea benzenului. Rezultă în final o soluție apoasă cu un conținut relativ ridicat de săruri alături de fenol și alte produse polihidroxilice, care fac deosebit de dificilă separarea și purificarea produsului.

Sunt cunoscute procedee de extracție a rezorcinei în care se folosesc solvenți uzuali și anume: butanol (Brevet URSS nr. 192824), izobutanol (Brevet Anglia nr. 12141118), acetat de butil (Brevet Polonia nr. 72381). Prezența în soluția apoasă a componentilor menționați atrage după sine o serie de inconveniente datorate, în special, fenomenelor de emulsionare, necesitând utilaje complexe de performanțe ridicate.

Scopul invenției este stabilirea condițiilor de lucru adecvate schemei de flux tehnologic pentru obținerea rezorcinei, de minimum 99%.

Problema pe care o rezolvă invenția constă în stabilirea condițiilor optime de extracție și purificare.

Procedeul, conform invenției, constă în aceea că, se extrage într-o primă etapă rezorcina cu extract recirculat la un raport soluție apoasă față de solvent cuprins între 1 și 3; 1, la temperaturi de 30... 50°C, se îndepărtează apoi din extract într-o a doua etapă, la aceeași temperatură, sărurile de sodiu și impuritățile cu apă, în raport gravimetric față de extract de 1: 5... 2 și se extrage într-o a treia etapă rezorcina din rafinat, cu acetat de butil, la un raport de soluție apoasă față de

solvent cuprins între 1 și 3; 1, de preferință 2: 1, la temperaturi de 30... 50°C, urmată de evaporare peliculară la temperaturi cuprinse între 140 și 180°C și o presiune reziduală de 5... 20 torr.

Se dă în continuare un exemplu de realizare a procedeuului, conform invenției, în legătură cu figura, care reprezintă schema fluxului tehnologic pentru acest procedeu.

Soluția obținută la sinteza rezorcinei prin procedeul topirii alcaline (SA), 1000 kg, având compoziția de 4,8% rezorcină, 35% săruri (Na_2SO_4 și benzendisulfonat de sodiu), 2% produse secundare și apă se alimentează într-o coloană 1 printr-o conductă 2 ca fază continuă împreună cu 360 kg rafinat adus printr-o conductă 3 în contracurent cu extractul 575 kg recirculat printr-o conductă 4, dintr-o coloană 5. Din baza coloanei 1 se evacuează rafinatul printr-o conductă 6, - 1165 kg, alimentat în coloana 5. Extractul scos printr-o conductă 7, - 770 kg, este introdus într-o coloană 8 în contracurent cu apa (200 kg). Rafinatul 3 care conține 0,8% rezorcină, 8,5% acetat de butil, 20% săruri și alte produse, restul apă este trimis (eventual ca reflux) la prima coloană. Extractul scos printr-o conductă 9, liber de săruri și de impurități, — 610 kg cu următoarea compoziție : 2,7% apă, 89% acetat de butil, 7,8% rezorcină, 0,5% alte produse, este alimentat pentru rectificare într-o coloană 10. Solventul distilat, 480 kg, completat cu solvent proaspăt, 75 kg, pentru compensarea pierderilor, se reintroduce în baza coloanei 5 în contracurent cu rafinatul 6. Pe la baza coloanei se evacuează rafinatul printr-o conductă 11, — 1145 kg, o soluție apoasă cu 0,05% rezorcină și un conținut ridicat de săruri și impurități care, este trimisă pentru prelucrare la unitatea de epurare ape reziduale pentru a fi recirculate în proces. Faza organică conținând 2% apă, 96,5% acetat de butil, 1,3% rezorcină, 0,2% produse secundare, se recirculă la coloana 1, însă cotă parte, se distilă periodic, pentru a menține în concentrație

staționară nivelul de impurități în circuitul de solvent (0,2... 0,5%) pentru care selectivitatea în procesul de extracție rămâne ridicată.

Produsul din blazul coloanei 10, -67 kg cu următoarea compoziție: 24,6% acetat de butil, 70,8% rezorcina și 4,6% produse secundare, se purifică la vid avansat, de preferință 5... 20 torr, la o temperatură cuprinsă între 140 și 180°C, pe două evaporatoare peliculare 12 și 13.

În primul evaporator 12 se îndepărtează produsele mai volatile decât rezorcina (18,5 kg), urmând ca din produsul de blaz în evaporatorul 13 să se obțină ca produs de vârf rezorcina (41,5 kg) cu eliminarea în blaz ca fază lichidă a produselor grele.

S-a obținut un produs de minimum 99% puritate cu un randament de recuperare din potențialul alimentat la distilare de 87%.

Prin procedeul, conform invenției, se obțin următoarele avantaje:

- extracția se realizează în etape cu ajutorul a doi solvenți selectivi care asigură o îmbunătățire a calității extractului și prin aceasta o creștere a randamentului de recuperare;

- la prelucrarea extractului prin eva-

porări succesive, la vid avansat, se obține un produs de puritate ridicată ca urmare a evitării degradărilor termice și a colorării produsului.

Revendicare

Procedeu pentru extracția și purificarea rezorcinei, dintr-o soluție având compoziția de 4 ... 10% rezorcina, 3 ... 5% Na_2SO_4 , 30 ... 35% benzendisulfonat de sodiu, 2 ... 3% produse secundare și apă, rezultată pe fluxul sintezei și prin topire alcalină, prin extracție cu acetat de butil și apă, caracterizat prin aceea că, se extrage într-o primă etapă rezorcina cu extract recirculat la un raport soluție apoasă față de solvent cuprins între 1 și 3: 1, la temperaturi de 30 .. 50°C, se îndepărtează apoi din extract într-o a doua etapă, la aceleași temperaturi, sărurile de sodiu și impuritățile cu apă, în raport gravimetric față de extract 1: 5 ... 2 și se reextrage într-o a treia etapă rezorcina din rafinat, cu acetat de butil, la un raport soluție apoasă față de solvent cuprins între 1 și 3: 1, de preferință 2: 1, la temperaturi de 30... 50°C, urmată de evaporare peliculară, la temperaturi cuprinse între 140 și 180°C și o presiune reziduală de 5 ... 20 torr.

Președintele comisiei de invenții: biolog Nicola Nicolin
Examinator: ing. Marin Elena

