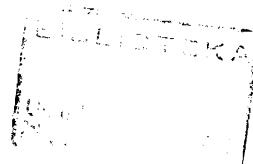


Warszawa, 30 września 1935 r.

URZĄD PATENTOWY



C07c 37/38



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 21920.

Kl. 12 q, 14/03.

Chemische Fabrik von Heyden Aktiengesellschaft
(Radebeul-Drezden, Niemcy).

Sposób odwadniania mieszanin, zawierających fenole.

Zgłoszono 15 lutego 1933 r.

Udzielono 20 sierpnia 1935 r.

Pierwszeństwo: 20 lutego 1932 r. (Niemcy).

Podczas technicznej przeróbki cieczy, zawierających fenole, bez względu na to, czy są one otrzymywane z chlorowcowanych węglowodorów przez hydrolizę w obecności katalizatorów, czy przez zmydlanie pod ciśnieniem zapomocą środków zasadowych, otrzymuje się ostatecznie zawsze fenole, zawierające znaczne ilości wody. Woda może przytem występować w postaci składnika emulsji, dającej się rozdzielać z trudnością, albo też w postaci składnika roztworu. Naogół dotychczas usuwano wodę w ten sposób (por. Ullmann, Enzyklop. d. Techn. Chem. wyd. II, tom 8 str. 337, ust. 4), że

np. surowy kwas karbolowy poddawano rektyfikacji w zwykłej aparaturze destylacyjnej, przyczem do temperatury 125°C przechodziła najpierw woda z małą ilością fenolu, następnie aż do 180°C przechodziło dużo fenolu z małą ilością wody, wreszcie powyżej 180°C przechodził czysty fenol, który po powtórnej przedestylowaniu w próżni wykazywał żądany stopień czystości. Frakcje pośrednie, zawierające dużo fenolu, musiano odwadniać częściowo na drodze mechanicznej, częściowo chemicznie. To oddzielanie wody jest kłopotliwe i powoduje straty.

Do odwadniania materiałów, zawierających wodę, szczególnie odpowiednim zabiegiem jest, jak wiadomo, destylacja azeotropowa, w której woda, zawarta w danym materiale, zostaje oddestylowana zapomocą cieczy, z którymi daje punkt wrzenia minimum, np. benzenu, toluenu, ksylenu albo kwasu mrówkowego. Kwas ten proponowano również, jako środek do odwadniania fenoli.

Obecnie wykryto, że szczególnie korzystne jest azeotropowe odwadnianie mieszanin fenolowych, zawierających wodę, zapomocą tych chlorowco-węglowodorów, które, jak np. chlorobenzen lub chlorotoluen, podczas destylacji odciągają od fenolu możliwie dużo wody.

Chlorowco-węglowodory, stosowane według wynalazku niniejszego, posiadają dużą zdolność porywania wody. Tak np. chlorobenzen tworzy z wodą mieszaninę o stałym punkcie wrzenia 91°C i o składzie, odpowiadającym mniej więcej 100 objętościom chlorobenzenu na 50 objętości wody.

Ilość wody, odciągnięta przy użyciu np. benzenu, jest znacznie mniejsza, gdyż na 100 objętości benzenu przechodzi zaledwie 8 objętości wody (patrz Young-Prahl, Theorie und Praxis der Destillation. Berlin 1932 str. 214).

Inną zaletę chlorowco - węglowodorów stanowi ich chemiczna obojętność. Stanowi ona znaczną zaletę w porównaniu z kwasem mrówkowym. Rozwodniony kwas mrówkowy mocno nagryza aparaty z normalnie stosowanych materiałów, jak żelaza i miedzi. Kwas mrówkowy pod względem technicznym posiada ponadto tę wadę, że jego azeotropowy punkt wrzenia z wodą leży powyżej azeotropowego punktu wrzenia mieszaniny fenolu z wodą.

W porównaniu z ksylenem, który w postaci technicznej jest mieszaniną związków orto, meta i para, chlorobenzen i chlorotoluen ma tę zaletę, że jest tańszy i ma bardziej jednolity skład.

Odwadnianie można przeprowadzić w zwykłym urządzeniu destylacyjnym z kolumną do przeprowadzania destylacji w sposób stały albo okresowo. Najlepsze wyniki daje destylacja pierwszego rodzaju. W przypadku np. odwadniania mieszaniny, zawierającej fenol, górną trzecią część kolumny zasila się bez przerwy mieszaniną cieczy, złożoną np. z fenolu, wody i ewentualnie wyżej wrzących produktów, jak np. eteru dwufenylowego, i przez doprowadzanie chlorobenzenu o kilka półek wyżej zasilania fenolem utrzymuje się w głowicy kolumny azeotropowy punkt wrzenia. W retorcie zbiera się wówczas fenol względnie mieszanina fenoli, zupełnie wolna od wszelkiego śladu wody. Chlorobenzen, pozostały ewentualnie w aparacie destylacyjnym, daje się łatwo usunąć przez dodanie małej ilości wody. Mieszanina chlorobenzenu i wody, uchodząca z głowicy kolumny, rozdziela się w odbieralniku odpowiednio do ciężarów właściwych, przyczem chlorobenzen można przez przelew stale doprowadzać do aparatury destylacyjnej. Mając do przeróbki mieszaninę rozwodnionych fenoli z organicznymi rozpuszczalnikami, można w odpowiednich przypadkach jeden z tych rozpuszczalników stosować jako ciecz porywającą i ewentualny jej niedobór pokrywać przez jednoczesne jej dodawanie. Jest to np. możliwe w przypadku mieszaniny, złożonej z wody, fenolu, chlorobenzenu i eteru dwufenylowego, jak to ma miejsce podczas hydroлізу chlorobenzenu zapomocą środków zasadowych, prowadzonej pod ciśnieniem. W tym przypadku dobrze jest zastosować chlorobenzen, jako ciecz pomocniczą.

Przykład I. Mieszaninę, składającą się z 96% krezolu i 4% wody, wprowadza się bez przerwy do górnej trzeciej części aparatury destylacyjnej, dostosowanej do pracy ciągłej. O kilka półek powyżej dodaje się chlorotoluen tak, aby utrzymać stałe azeotropowy punkt wrzenia 95°C . Mieszanina przedestylowana składa się z 50 części obję-

tościowych wody i 50 części objętościowych chloro-toluen. W retorcie zbiera się bezwodny krezol, który można bez przerwy odciągać. Oddestylowana woda jest praktycznie wolna od krezolu.

Jeżeli krezol, pozostający w kolumnie, zawiera jeszcze chloro-toluen, to dodaje się jeszcze tyle wody, aby wszystek chloro-toluen przedestylował się azeotropowo z wodą, a nadmiar wody nie pozostał oczywiście znowu w krezolu.

Przykład II. Mieszaninę, składającą się z 70 części wagowych fenolu, 15 części wagowych eteru dwufenylowego, 5 części wagowych chlorobenzenu i 10 części wagowych wody, doprowadza się do górnej trzeciej części kolumny, pracującej w sposób ciągły. Nieco powyżej dodaje się słabym strumieniem chloro-benzenu tak, żeby utrzymać stale azeotropowy punkt wrzenia 91°C . Oddestylowuje się przytem wszystek chlorobenzen i wszystka woda, w retorcie pozostaje

je mieszanina fenolu z eterem dwufenylowym, wolna od wody i chloro-benzenu.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób odwadniania mieszanin, zawierających fenole, znamienny tem, że wodę oddestylowuje się z takimi chlorowco-węglowodorami, które, jak np. chloro-benzen lub chloro-toluen, porywają ze sobą podczas destylacji znaczne ilości wody.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że chlorowco-węglowodory, pozostające ewentualnie w bezwodnej mieszaninie, oddestylowuje się azeotropowo, dodając potrzebną ilość wody.

Chemische Fabrik
von Heyden
Aktiengesellschaft.

Zastępca: I. Myszczyński,
rzecznik patentowy.