



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 42293

Kl. 12 q, 14/03

Metallgesellschaft Aktiengesellschaft

Frankfurt, Niemiecka Republika Federalna

Sposób otrzymywania czystych fenoli z fenoli surowych albo olejów zawierających fenole

Patent trwa od dnia 25 listopada 1957 r.

Pierwszeństwo: 21 grudnia 1956 r. dla zastrz. 2, 5, 11; 24 lipca 1957 r. dla zastrz. 1, 3, 4, 6, 7, 8, 9, 10, 12 (Niemiecka Republika Federalna).

Wynalazek dotyczy sposobu otrzymywania fenoli wolnych od olejów obojętnych i odpornych na światło z frakcji olejowych i smołowych zawierających fenole, które otrzymuje się przy wytlewaniu, koksowaniu i zgazowywaniu węgla kamiennych i brunatnych, jak też z surowych fenoli otrzymywanych przez ekstrakcję wód ściekowych zawierających fenole za pomocą rozpuszczalników. Dalej sposób ten jest odpowiedni do otrzymywania czystych fenoli z technicznych produktów z syntezy fenolu, zawierających substancje obojętne.

Znane jest wypłukiwanie pożądanych fenoli, krezoli i ksylenoli z olejów zawierających fenole przez traktowanie ich ługiem fenolanów alkalicznych i następnie w celu usunięcia towarzyszących olejów obojętnych przedmuchiwanie przesyconego ługu fenolanowego za pomocą pary wodnej albo ekstrahowanie za pomocą benzyny lekkiej. Dalej znane jest otrzymywanie fenoli z przesyconego ługu fenolanowego przez rozcieńczanie go wodą albo przez ekstrakcję. Tym spo-

sobem nie można jednak było otrzymać fenoli wolnych od olejów obojętnych i odpornych na światło, a zwłaszcza te techniczne fenole nie odpowiadały wymaganiom odnośnie bardzo małej zawartości pirydyny. Poza tym z powodu zabarwienia produkty stanowiły tylko mieszaniny fenoli niskiej jakości.

Te niedogodności usuwa się według wynalazku - przez to, że traktowanie olejów albo frakcji olejowych zawierających fenole za pomocą ługu fenolanowego i benzyny zawierającej związki parafinowe i (lub) aromatyczne łączy się z obróbką za pomocą pary i za pomocą środków utleniających po czym tak wstępnie obrobiony ług fenolanów alkalicznych przesycony fenolami ekstrahuje się rozpuszczalnikiem organicznym zawierającym tlen. Następnie ekstrakt traktuje się kwasami albo kwaśnymi odczynnikami, a rozpuszczalnik oddziela się od fenolu przez destylację.

Sposób według wynalazku można stosować zarówno do otrzymywania mieszanin fenoli

z olejów fenolowych lub ich frakcji, jak też do rafinowania mieszanin fenoli otrzymywanych przez ekstrakcję np. z wód wytlewnych i koksowniczych.

Połączenie otrzymywania fenoli z frakcji olejowych zawierających fenole z prowadzoną według tego samego sposobu rafinacją fenoli, otrzymywanych z wód wytlewnych przez ekstrakcję, daje szczególne korzyści, ponieważ przy tej wspólnej przeróbce otrzymuje się rafinowane mieszaniny fenoli o tym samym składzie co odbija się dodatnio także na następującej po tym przeróbce. Fenole otrzymywane przez ekstrakcję np. według metody fenosolwanowej, z wód ściekowych za pomocą rozpuszczalników zawierających tlen, zawierają zwykle jeszcze do 1,5% oleju obojętnego i muszą być najczęściej oczyszczane przez traktowanie ługami alkalicznymi w celu otrzymania produktów typowych. Pod olejem obojętnym rozumie się niekwaśne składniki oleju, których skład zmienia się w zależności od pochodzenia olejów. Chodzi tutaj przede wszystkim o węglowodory.

Według wynalazku przerabia się równocześnie fenole z wód ściekowych, zawierające oleje obojętne i frakcje zawierające fenole w ten sposób, że surowe fenole otrzymane przez ekstrakcję dodaje się do słabo przesyconego ługu fenolanów alkalicznych uprzednio otrzymywanego przy odfenolowywaniu oleju.

Przy ekstrakcji w ekstraktorze przeciwprądowym wielostopniowym, korzystne jest wprowadzanie z jednej strony ługu fenolanów alkalicznych, który zabiera fenole zawarte w oleju, a z drugiej strony benzyny. Prowadzenie frakcji olejowej poddawanej odfenolowaniu następuje w jednym ze środkowych stopni podczas gdy fenol surowy pochodzący z wód ściekowych dopływa jednym ze stopni między miejscem wprowadzenia oleju i miejscem wprowadzenia benzyny.

Korzystne jest prowadzenie ekstrakcji w temperaturze podwyższonej, ewentualnie pod ciśnieniem. W tych warunkach przebieg ekstrakcji jest lepszy a wydajność fenoli wzrasta.

W sześciu albo więcej stopniach ekstraktora wodny, (normalnie 10—50%-owy), roztwór fenolanów, pobiera fenole z prowadzonych w przeciwprądzie kwaśnych olejów i surowych fenoli i wychodzi jako ekstrakt wzbogacony w fenol, z którego jednak uprzednio odciąga się niefenolowe składniki obojętne przez działanie benzyną. Z mieszaniny, benzyna—olej oddestylowuje się benzynę w kolumnie destylacyjnej i zawraca do obiegu kołowego. Olej obojętny

odpadający jako produkt błotnisty może być zastosowany odpowiednio do jego temperatury wrzenia albo poddany w znany sposób przeróbce w celu otrzymania pirydyny. Jeżeli jako środek ekstrakcyjny stosuje się wytwarzaną na miejscu benzynę z procesu zgazowania albo wytlewania, wówczas korzystne jest zawrócenie mieszaniny benzyna—olej jako takiej do istniejącej destylacji benzyny albo oleju płuczkowego; przez co w ramach zakładu staje się zbyteczna specjalna kolumna do rozdzielania składników w celu przeprowadzenia sposobu według wynalazku.

Wodny roztwór fenolanów przesycony wyekstrahowanymi fenolami zawiera jeszcze benzynę i ewentualnie ślady oleju obojętnego. Składniki te usuwa się następnie w kolumnie destylacyjnej przez wdmuchiwanie pary wodnej.

Okazało się korzystne zwracanie destylatu otrzymanego przez obróbkę parą wodną przesyconego ługu fenolanów alkalicznych do wód ściekowych, które mają być przerabiane na drodze ekstrakcji, ponieważ w ten sposób zostają całkowicie odzyskane fenole porwane razem z parą wodną. Ażeby odzyskać resztki fenoli korzystne jest dodawanie bezwodnego destylatu pochodzącego z traktowania parą wodną do frakcji olejowej przeznaczonej do odfenolowania, ewentualnie po kwaśnym płukaniu w celu wydzielenia zasad pirydynowych.

Do usuwania olejów obojętnych na drodze ekstrakcji, korzystne jest stosowanie niskowrzącej frakcji benzyny w celu uniknięcia związków aromatycznych zawartych w benzynie ekstrakcyjnej, wiadomo bowiem, że związki aromatyczne rozpuszczają także fenole i w związku z tym wzrastają straty fenolu.

Przy ekstrakcji olejów obojętnych odpowiednią benzyną, np. benzyną pochodzącą z wytlewania albo zgazowywania stosuje się frakcję o zakresie temperatur wrzenia 40—70 °C. Straty fenolu wynoszą wtedy mniej, aniżeli 4%. Otrzymane ksylenole wykazują przy badaniu klarownej rozpuszczalności w ługach słabą opalescencję, frakcja meta- i para-krezolu jest zawsze klarownie rozpuszczalna w ługach, jednak stawia się jej ostatnio coraz wyższe wymagania odnośnie zawartości pirydyny, która powinna wynosić poniżej 0,1% a to nie zawsze zostaje spełnione. W przeciwieństwie do tego otrzymywane frakcje ortokrezolu i fenolu odpowiadają całkowicie wszystkim wymaganiom.

Stwierdzono, że zawartość zasad azotowych obliczonych jako pirydyna, znacznie spada w rafinowanych mieszaninach fenoli, jeżeli w ben-

zynie służącej jako rozpuszczalnik dopuści się większą zawartość związków aromatycznych, np. do 50 %. Frakcja fenolowa i orto-krezolowa wolna jest praktycznie od pirydyny, podczas gdy zawartość pirydyny w meta-para-krezolu wynosi poniżej 0,1 %. Przy tym sposobie pracy straty fenoli wynoszą do 10 %, zostają jednak zmniejszone do pierwotnej wartości mniejszej od 4 %, jeżeli podczas ekstrakcji ług fenolanu przesyci się tylko tak dalece, że na 1 mol fenolanu alkalicznego nie przypada więcej aniżeli 0,6 mola fenolu. Jako benzyny zawierające związki aromatyczne można stosować niskowrzące węglowodory z destylacji węgla (zakres temperatur wrzenia 60—150 °C), które zawierają zarówno związki aromatyczne, jak też amoniak. Jeśli olej poddawany odfenolowaniu zawiera znaczną ilość związków aromatycznych, wówczas benzyna zastosowana do ekstrakcji może zawierać ich mniej albo być wolna od nich.

Po usunięciu oleju obojętnego przez ekstrakcję i po traktowaniu parą wodną przesyconego ługu fenolanu, który w ten sposób praktycznie uwalnia się od składników niefenolowych, następuje traktowanie utleniające, np. za pomocą gazów zawierających tlen albo innych środków utleniających. Jeżeli utlenianie następuje za pomocą powietrza wówczas korzystnie przedmuchuje się ług fenolanu w temperaturze 80 °C w wieży albo w kolumnie w przeciwnym kierunku, przez co składniki zabarwiające fenol i związki siarki zostają tak dalece zmienione, że wydzielają się one jako pozostałość przy destylacji mieszaniny fenoli i nie przechodzą do produktu handlowego. W celu uniknięcia strat ługu przez zawarte w powietrzu kwaśne składniki jak dwutlenek węgla, korzystnie uwalnia się od nich powietrze w znany sposób.

Do utleniającego traktowania można stosować zamiast powietrza albo innych gazów zawierających tlen, także stałe albo ciekłe środki utleniające, jak np. $KMnO_4$ albo H_2O_2 . W celu otrzymania fenoli odpornych na światło i bezbarwnych potrzebne ilości ciekłych albo stałych środków utleniających są tak małe, że można je dodać w dowolnym miejscu procesu rafinacji, korzystne jest jednak dodanie ich w kolumnie do destylacji fenolu.

Z ługu fenolowego poddawanego obróbce i oczyszczaniu w opisany sposób, ekstrahuje się fenole w znany sposób za pomocą rozpuszczalnika organicznego zawierającego tlen, wrzącego niżej od fenolu, np. heksanolu, eteru izopropylowego, eteru metyloizobutyloвого, ketonu metyloizobutyloвого cykloheksanolu. Ekstrakt roz-

dziela się na drodze destylacji na rozpuszczalnik i mieszaninę fenoli, a z tych ostatnich otrzymuje się przez następujące po tym frakcjonowanie: fenole, krezole i ksylene klarownie rozpuszczalne w ługach i odporne na światło.

Zawarte w fenolach zasady azotowe dają się całkowicie usunąć jeżeli po ekstrakcji fenoli z oczyszczonych przesyconych ługów fenolanów rozpuszczalnik obciążony fenolem przemije się kwasem siarkowym albo potraktuje się innymi rozpuszczalnikami o odczynie kwaśnym, albo jeżeli po oddestylowaniu tego rozpuszczalnika mieszaninę fenoli wolną od rozpuszczalnika potraktuje się kwasem siarkowym albo w czasie frakcjonowania na produkty czyste. Traktowanie kwasem siarkowym ma tę zaletę, że poprzednie stopnie przeróbki można przeprowadzić przy użyciu małych ilości czy to oleju lekkiego rozpuszczającego oleje obojętne, czy też benzyny.

Sposób jest przedstawiony schematycznie i przykładowo na rysunku. Frakcję oleju wrzącego w temperaturze 150—230 °C prowadzi się przewodem 1 do czwartego stopnia dziesięciostopniowego ekstraktora 2, do pierwszego stopnia, którego wprowadza się wodny roztwór fenolanu sodowego przewodem 3 zaś do dziesiątego eter naftowy przewodem 4. Eter naftowy, który także równocześnie pobrał całkowitą ilość oleju obojętnego zawartego w kwaśnym oleju, przechodzi przewodem 5 poprzez podgrzewacz 6 do kolumny destylacyjnej 7, w której zostaje odzyskany i poprzez skraplacz 8 dopływa do zbiornika obiegu kołowego 9. Olej obojętny odprowadzony u dołu kolumny 7 zostaje schłodzony w chłodnicy 10, a następnie ze zbiornika 11 skierowany do dalszego wykorzystania. Wodny roztwór fenolanu alkalicznego wzbogacony w fenole opuszcza ekstraktor 2 przewodem 12 i poprzez wymiennik ciepły 13 zostaje doprowadzony do kolumny destylacyjnej 14, w której za pomocą pary wodnej zostaje odpędzony eter naftowy rozpuszczony w ługu fenolanów, jak też nikłe ślady oleju obojętnego. Destylat przechodzi poprzez skraplacz 15 do rozdzielacza 16, w którym zostaje oddzielona woda. Mieszanina eteru naftowego i oleju obojętnego zostaje doprowadzona przez podgrzewacz 6 do kolumny 7.

Klarowny ług fenolanowy przechodzi przewodem 17 do wieży 18, w której ług traktuje się powietrzem. Stąd przechodzi on przez wymiennik ciepły 13 do drugiego ekstraktora 19 sześciostopniowego, w którym zostaje usunięty zawarty w nim nadmiar fenolu za pomocą rozpuszczalnika, zawierającego tlen prowadzonego w

przeciwprądzie. Rozpuszczalnik doprowadza się przewodem 20, płynie on obciążony fenolami z ekstraktora 19 przewodem 21 poprzez podgrzewacz 22 do kolumny destylacyjnej 23, która jest bezpośrednio ogrzewana parą za pomocą podgrzewacza 24. Rafinowany fenol przechodzi przez chłodnicę 25 do zbiornika zapasowego 26, skąd może on być doprowadzony do frakcjonowania albo pośrednio do innych celów. Oddestylowany w kolumnie 23 rozpuszczalnik skrapla się w skraplaczu 27 i doprowadza znowu poprzez zbiornik obiegu kołowego 28, przewodem 20 do ekstraktora 19. Ług fenolanowy uwolniony od nadmiaru fenoli doprowadza się przewodem 29 poprzez podgrzewacz 30 do górnej części kolumny odpędowej 31, w której rozpuszczony eter zostaje odpędzony za pomocą pary, skroplony w skraplaczu 32, a po oddzieleniu wody w rozdzielaczu 33 znowu doprowadzony do zbiornika obiegu kołowego 28. Ług fenolanowy uwolniony od eteru doprowadza się w chłodnicy 34 do temperatury pożądanej przy ekstrakcji i zwraca z powrotem przewodem 3 do ekstraktora 2.

Przykład I. 1000 kg oleju z wylewania węgla brunatnego o zakresie temperatur wrzenia 150—230 °C zawierającego 320 kg fenoli poddaje się obróbce w dziesięciostopniowym ekstraktorze za pomocą 2000 kg 20%-owego roztworu fenolanu sodowego i 500 kg eteru naftowego. Eter naftowy pobiera jeszcze 4 kg fenoli, które po oddestylowaniu pozostają w oleju obojętnym. Przesycony roztwór fenolanów pobrał 316 kg fenoli jak też 10 kg eteru naftowego. Ostatni usuwa się w kolumnie odpędowej przez wdmuchiwanie pary wodnej. Ług fenolanowy wolny od benzyny przedmuchiwa się powietrzem w temperaturze 80 °C i ekstrahuje w drugim ekstraktorze sześciostopniowym w przeciwprądzie 400 kg eteru dwuizopropylowego. Po oddestylowaniu eteru otrzymuje się 316 kg rafinowanej mieszaniny fenoli, z której po rozfrakcjonowaniu otrzymuje się 135 kg fenolu, 124 kg krezoli i 37 kg ksylenu, które są całkowicie odporne na światło i klarownie rozpuszczalne w ługach.

Przykład II. 1000 kg/godz oleju z węgla kamiennego o zakresie temperatur wrzenia 170 do 225 °C o zawartości fenolu 37,0 % wagowych wprowadza się do czwartego stopnia jedenastostopniowego ekstraktora przeciwprądowego, podczas gdy pierwszym stopniem dopływa 3000 kg 25%-owego roztworu fenolanu sodowego a jedenastym stopniem 600 kg benzyny o zakresie temperatur wrzenia 40—110 °C, o zawartości 10 % związków aromatycznych. Benzyna pobiera 8,5 kg fenolu, który po oddestylowaniu pozostaje

w oleju obojętnym. Przesycony roztwór fenolanów pobrał 361,5 kg fenoli i 90 kg benzyny, którą usuwa się w kolumnie odpędowej przez przedmuchiwanie parą wodną. Ług fenolanowy wolny od benzyny przedmuchiwa się powietrzem w temperaturze 80 °C i ekstrahuje w drugim sześciostopniowym ekstraktorze w przeciwprądzie 900 kg eteru izopropylowego. Ekstrakt eterowy zawierający fenole traktują się w wieży wypełnionej pierścieniami Raschiga 5 %-mi objętościowymi 10 %-owego kwasu siarkowego. Po oddestylowaniu eteru, otrzymuje się 341 kg mieszaniny fenoli. Po rozfrakcjonowaniu otrzymuje się następujące składniki w ilości i o czystości podanej niżej:

- 172 kg fenolu klarownie rozpuszczalnego w ługach o zawartości pirydyny 0
- 42 kg orto-krezolu klarownie rozpuszczalnego w ługach o zawartości pirydyny 0
- 98 kg meta - para - krezolu rozpuszczalnego w ługach, o zawartości pirydyny 0
- 29 kg ksylenu rozpuszczalnych w ługach, o zawartości pirydyny 0,03 %.

Przykład III. 1000 kg/godz oleju z węgla brunatnego o zakresie temperatur wrzenia 150 do 230 °C zawierającego 250 kg fenoli obrabia się w dziesięciostopniowym ekstraktorze za pomocą 3000 kg 20%-owego fenolanu potasowego i 500 kg oleju lekkiego o temperaturze wrzenia 60—150 °C. Olej wprowadza się do czwartego stopnia, podczas gdy roztwór fenolanu potasowego do pierwszego stopnia, a benzynę do ostatniego stopnia. Do szóstego stopnia ekstraktora wprowadza się 10 kg/godz fenoli otrzymanych przez ekstrakcję wylewnych wód ściekowych. Olej lekki pobiera obok oleju obojętnego 9,2 kg fenoli, a następnie po oddestylowaniu wyżej wrzących składników zostaje z powrotem zwrócony do ekstrakcji. Z roztworu fenolanu potasowego odzyskuje się rozpuszczoną benzynę w ilości 50 kg przez traktowanie parą wodną i również poddaje się ją destylacji. Wodny destylat z procesu destylacji z parą wodną łączy się z wodami ściekowymi zawierającymi fenole. Ług fenolanowy wolny od benzyny zadaje się 0,2 kg/godz 30 %-owego roztworu H_2O_2 i ekstrahuje 650 kg eteru metylowoizobutyloвого. Po oddestylowaniu eteru pozostaje 350 kg rafinowanych fenoli, z których po rozfrakcjonowaniu otrzymuje się produkty odporne na światło, wolne od olejów obojętnych o następującym składzie i czystości:

- 138 kg fenolu, klarownie rozpuszczalnego w ługach, o zawartości pirydyny 0

26 kg orto-krezolu rozpuszczalnego w ługach,
o zawartości pirydyny 0,005 %

98 kg meta - para - krezolu rozpuszczalnego w
ługach, o zawartości pirydyny 0,1 %

68 kg ksylenoli rozpuszczalnych w ługach,
o zawartości pirydyny 0,3 %.

Przykład IV. Mniej więcej w środku wieży ekstrakcyjnej wprowadza się 100 kg/godz oleju smołowego z węgla kamiennego o zakresie temperatur wrzenia 150—230 °C, o zawartości fenoli 26 % wagowych, który w zwykły sposób został oddzielony od naftalenu. Do dolnego końca wieży wprowadza się 30 kg/godz benzyny o temperaturze wrzenia 80—110 °C, zawierającej 15 % związków aromatycznych. 200 kg wodnego ługu fenolanowego o zawartości 45 % wagowych fenolanu sodowego spływa z góry w przeciwnym kierunku do mieszaniny olej-benzyna. W wieży utrzymuje się temperaturę 130 °C, a przez wymianę ciepłą między produktami dopływającymi i odpływającymi zapewnia się w znany sposób dobry bilans cieplny procesu. Podczas ekstrakcji ustala się ciśnienie około 2—2,5 atm. Mieszanina benzyny i oleju opuszczająca wieżę zawiera jeszcze 0,8 kg fenoli, głównie ksylenoli i w celu odzyskania benzyny ekstrakcyjnej zostaje poddana destylacji w kolumnie destylacyjnej.

Gorący przesycony ług fenolanowy wychodzący u dołu wieży ekstrakcyjnej pobiera 25,2 kg fenoli i w celu usunięcia rozpuszczonej benzyny małych ilości oleju obojętnego zostaje rozróżony w kolumnie odpędowej, w której w przeciwnym kierunku do ługu wprowadza się równocześnie około 30 kg pary. Oleisty destylat pochodzący z tego traktowania parą wodną zawiera około 1 kg fenoli (na 1 godzinę) i w celu trzymania tych fenoli zostaje domieszany do oleju z węgla kamiennego przeznaczonego do delfenolowania. Wodny destylat płynie do wody utlennej, z której w znany sposób ekstrahuje się fenole. Traktowanie powietrzem oczyszczonego, przesyconego ługu fenolanowego przeprowadza się następnie w kolumnie z wypełnieniem temperaturze 90 °C. Z ługu ekstrahuje się fenol za pomocą 60 kg/godz eteru izopropylowego, następnie ekstrakt przemycza się w sposób ciągły najpierw 20 %-wym kwasem siarkowym, po tym wodą. Po oddestylowaniu eteru pozostaje 247 kg mieszaniny fenoli, którą po rozakcjonowaniu dała następujące produkty wolne od oleju obojętnego, zawierające poniżej 0,5 % wagowych zasad azotowych i które jeszcze po kilku tygodniach były klarowne:

8,1 kg kwasu karbolowego

2,5 kg orto-krezolu
10,8 kg meta-para-krezolu

Przykład V. Ten sam olej smołowy z węgla kamiennego jak w poprzednim przykładzie traktowano w poziomym sześciostopniowym ekstraktorze składającym się z mieszalników i rozdzielaczy, w ilości 100 kg na godzinę, w temperaturze 100 °C, w przeciwnym kierunku do 240 kg 28 %-owego wodnego roztworu ługu fenolanowego. Od-fenolowany olej zawiera jeszcze 0,5 kg fenoli. Obciążony ług fenolanowy ekstrahuje się w również zamkniętym czterostopniowym ekstraktorze przeciwnym za pomocą 45 kg benzyny na godzinę, jak w przykładzie IV.

Gorącą benzynę kieruje się do destylacji, oddziela od rozpuszczonych olejów obojętnych i doprowadza znowu do ekstrakcji. Olej obojętny zawierający fenole, znajdujący się w pozostałości po destylacji benzyny, zostaje domieszany do oleju smołowego z węgla kamiennego przeznaczonego do delfenolowania. Oczyszczony przesycony ług fenolanowy traktuje się w końcu parą wodną i powietrzem w kolumnie z wypełnieniem. Dalsza przeróbka jest taka sama jak opisano w przykładzie IV. Otrzymano następujące produkty końcowe:

7,8 kg fenolu	klarownie rozpu-
2,5 kg orto-krezolu	puszczalne w łu-
10,8 kg meta-para-krezoli	gach, przeźroczy-
2,5 kg ksylenoli	ste, odporne na
0,7 kg pozostałości	światło, o zawar-
	tości pirydyny 0.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania czystych fenoli z fenoli surowych albo z olejów zawierających fenole przez ekstrakcję ługiem fenolanów alkalicznych, znamienny tym, że ług fenolanowy przesycony fenolami ekstrahuje się za pomocą benzyny i doprowadza do klarowności za pomocą pary wodnej, po czym fenole wyciąga się w znany sposób za pomocą rozpuszczalnika zawierającego tlen i oddestylowuje się rozpuszczalnik.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że ług fenolanowy przesycony fenolami, doprowadzony do klarowności za pomocą pary, poddaje się przed ekstrakcją końcową rafinowanych fenoli obróbce utleniającej w temperaturze normalnej albo podwyższonej.
3. Sposób według zastrz. 1, 2, znamienny tym, że stosuje się benzynę zawierającą do 50 % związków aromatycznych.

4. Sposób według zastrz. 1—3, znamieny tym, że jako benzynę stosuje się niskowrzące, ciekłe frakcje urządzeń do destylacji węgla.
5. Sposób według zastrz. 1—4, znamieny tym, że równocześnie ekstrakcję ługiem fenolowym i benzyną przeprowadza się w ekstraktorze wielostopniowym, który składa się z mieszalników i rozdzielaczy.
6. Sposób według zastrz. 1—5, znamieny tym, że ekstrakcję przeprowadza się w podwyższonej temperaturze i pod ciśnieniem.
7. Sposób według zastrz. 1—6, znamieny tym, że surowe fenole otrzymane w znany sposób przez ekstrakcję wód ściekowych zawierających fenole za pomocą organicznych rozpuszczalników dodaje się do obciążonych słabo przesyconych ługów fenolanów alkalicznych otrzymanych ze wstępnego odfenolowania olejów.
8. Sposób według zastrz. 7, znamieny tym, że fenole surowe otrzymane przez ekstrakcję wprowadza się do ekstraktora wielostopniowego na stopniu między dopływem oleju i benzyny.
9. Sposób według zastrz. 1—8, znamieny tym, że wodny destylat z traktowania parą wodną łączy się z wodą przeznaczoną do odfenolowania i razem poddaje ekstrakcji.
10. Sposób według zastrz. 1—9, znamieny tym, że olejowy destylat z traktowania parą wodną dodaje się do olejów przeznaczonych do odfenolowania.
11. Sposób według zastrz. 1—10, znamieny tym, że traktowanie utleniające przeprowadza się przez przedmuchiwanie powietrzem albo innym gazem zawierającym tlen, w temperaturach powyżej 70 °C.
12. Sposób według zastrz. 1—10, znamieny tym, że traktowanie utleniające następuje przez dodatek ciekłego albo stałego środka utleniającego.

Metallgesellschaft
Aktiengesellschaft

Zastępca: mgr Józef Kamiński
rzecznik patentowy

