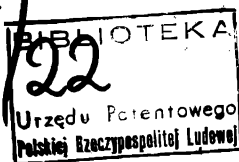


Opublikowano dnia 14 marca 1960 r.



C07c37/



## POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

Nr 42850

Kl. 12 q, 14 03

VEB Maschinen und Apparatebau Grimma

Grimma, Niemiecka Republika Demokratyczna

### Sposób usuwania olejów obojętnych z fenoli

Patent trwa od dnia 19 listopada 1957 r.

Pierwszeństwo: 12 marca 1957 r. (Niemiecka Republika Demokratyczna).

Otrzymywanie fenoli z wód wytlennych gazowniczych i koksowniczych prowadzi się coraz częściej według tak zwanego sposobu fenolosolwanowego. W czasie ekstrakcji tych wód ściekowych za pomocą octanu butylu zostają usunięte z wody razem z fenolami obok substancji reagujących obojętnie i zasadowo także kwasy tłuszczowe. Po odparowaniu octanu butylu w otrzymanym surowym fenolu pozostają większe ilości tych zanieczyszczeń. Trudne jest oddzielenie od fenoli, przez destylację obojętnych i zasadowych substancji zawartych w surowym fenolu, określonych wspólnym terminem olejów obojętnych, ponieważ temperatury wrzenia olejów obojętnych rozciągają się powyżej zakresu temperatur wrzenia homologów fenolu zawartych w surowym fenolu.

Dalsze stosowanie fenolu i jego pochodnych do różnych syntez wymaga jednak usuwania z niego olejów obojętnych. Według znanych sposobów oddzielania olejów obojętnych

z surowego fenolu stosuje się proces destylacji z parą wodną, w którym zawierające oleje obojętne surowe fenole rozpuszcza się w mniej więcej równoważnikowej ilości ługu metali alkalicznych, a z wytworzonego roztworu fenolanu odpędza się oleje obojętne przez destylację z parą wodną. W końcu fenolan metalu alkalicznego rozkłada się przez wprowadzenie dwutlenku węgla, a wydzielony fenol oddziela się mechanicznie, odwadnia przez odparowanie i frakcjonuje. Przy takiej obróbce kwasy tłuszczowe pozostają w postaci kwaśnych soli w powstałym roztworze węglanu metalu alkalicznego, które trzeba regenerować w skomplikowany sposób.

Proces wytwarzania fenolanu i jego destylację z parą wodną przeprowadza się oddzielnie w kolumnie pod ciśnieniem, przy czym surowy fenol tworzy fenolany z roztworem węglanu sodowego. Uwalniający się przy tym dwutlenek węgla po rozprężeniu stosuje się do rozkładu fenolanu sodowego do destylacji z parą wodną.

Przy takim sposobie pracy odpada kłopotliwa regeneracja roztworu węglanu alkalicznego do ługu.

Według wynalazku opracowano sposób, w którym w odróżnieniu od dotychczas stosowanych metod przeprowadza się najpierw frakcjonowanie na homologi fenolu zawierające oleje obojętne. Dobrze krystalizujące frakcje fenolu i orto-krezolu przekrystalizowują się z odpowiedniego rozpuszczalnika, oddziela od ługu macierzystego zawierającego oleje obojętne i kwasy tłuszczowe przez odwirowanie albo sączenie i uwalnia przez ogrzewanie od resztek rozpuszczalnika. Meta-krezol i para-krezol rozdziela się znanymi sposobami na przykład przez tworzenie adduktów, a w celu usunięcia olejów obojętnych przekrystalizowuje się w odpowiednich temperaturach w taki sam sposób. Do przekrystalizowywania nadają się rozpuszczalniki o następujących właściwościach: temperatura krzepnięcia musi leżeć poniżej temperatury krystalizacji, rozpuszczalność fenoli w rozpuszczalniku musi być w wysokim stopniu zależna od temperatury i w temperaturze przewidzianej dla krystalizacji musi być możliwie mała, temperatura wrzenia rozpuszczalnika musi leżeć kilka stopni poniżej albo powyżej temperatury wrzenia fenoli poddawanych krystalizacji, rozpuszczalnik możliwie nie powinien tworzyć z fenolem adduktów albo azeotropów, rozpuszczalnik nie powinien wykazywać żadnych anomalii w rozpuszczaniu fenolu i powinien mieszać się z olejami obojętnymi w każdym stosunku w niskich temperaturach. Jako szczególnie odpowiednie okazały się frakcje węglowodorów alifatycznych.

Sposób według wynalazku ilustruje poniższy przykład:

Przykład. 98 kg fenolu zawierającego 2 kg olejów obojętnych rozpuszcza się w temperaturze 45°C w 80 litrach benzyny alifatycznej, to znaczy w benzynie możliwie nie zawierającej węglowodorów nienasyconych, aromatycznych i naftenowych, wrzącej w zakresie temperatur 110—120°C. Mieszaninę tę powoli ochładza się mieszając do temperatury

+5°C. Wydzielające się kryształy fenolu oddziela się od ługu macierzystego przez odsączenie albo odwirowanie, przemycia 80 litrami ochłodzonej benzyny o takich samych właściwościach i uwalnia od resztek benzyny przez jej odparowanie. Benzynę z przemycania stosuje się jako rozpuszczalnik przy krystalizacji następnej szarży. Z ługu macierzystego odzyskuje się benzynę przez destylację wolnych olejów obojętnych. Pozostałość podestylacyjna w opisanym przypadku składa się z około 74% fenolu i około 30% oleju obojętnego. Z orto-krezolem, meta-krezolem i para-krezolem postępuje się analogicznie, przy czym w celu zmniejszenia strat rafinacji korzystne jest zakończyć krystalizację w temperaturach —10° do —20°C. W przypadku zaszczepiania należy krystalizację zaczynać w możliwie wysokiej temperaturze, ażeby kryształy rosły powoli i nie zamykały w sobie olejów obojętnych.

Fenole przekrystalizowane w ten sposób są praktycznie wolne od olejów obojętnych i kwasów tłuszczowych, wykazują czysty zapach fenolu i nie zabarwiają się na powietrzu przy dłuższym przechowywaniu.

#### Zastrzeżenie patentowe

Sposób usuwania olejów obojętnych z fenoli surowych, znamienny tym, że surowe fenole rozkłada się najpierw przez ostre rozfrakcjonowanie na pojedyncze homologi fenolu zawierające oleje obojętne, które rozpuszcza się w odpowiednim rozpuszczalniku na przykład w benzynie alifatycznej w temperaturze wyższej od ich temperatury topnienia, po czym przez powolne ochładzanie prawie całkowicie wykrysztalizowuje się fenol, którego kryształy oddziela się przez odwirowanie albo odsączenie od ługu macierzystego, zawierającego oleje obojętne a resztki rozpuszczalnika usuwa przez odparowanie.

VEB Maschinen- und Apparatebau Grimma

Zastępca: inż. J. Felkner  
rzecznik patentowy