

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY 139 091

Patent dodatkowy
do patentu 137490

Zgłoszono: 83 04 01 /P.241346/

Pierwszeństwo _____

Zgłoszenie ogłoszono: 84 10 08

Opis patentowy opublikowano: 88 05 31

CYTEL NIA

Urząd Patentowy
Polska

Int. Cl.⁴ C07C 37/72

Twórcy wynalazku: Maciej Kiedik, Józef Kołt, Jerzy Czyż, Jerzy Mróz,
Eugeniusz Zajęc, Antoni Korek, Antoni Płoszaj,
Józef Gowin, Anna Rzędeczko

Uprawniony z patentu: Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej "Blachownia",
Kędzierzyn-Koźle; Zakłady Chemiczne "Blachownia",
Kędzierzyn-Koźle /Polska/

SPOSÓB WYDZIELANIA FENOLU Z TECHNOLOGICZNYCH WÓD FENOLOWYCH

Przedmiotem wynalazku jest sposób wydzielania fenolu z technologicznych wód fenolowych otrzymywanych ubocznie w procesie wytwarzania bisfenolu A.

Według patentu nr 137 490 do wydzielania fenolu z wodnego roztworu stosowana jest jako ekstrahent frakcja produktów ubocznych z procesu wytwarzania bisfenolu A, zawierająca 0,1-30% wagowych p-izopropenylofenolu, 0,1-20% wagowych 1,3,3-trójmetylo-6-hydroksy-indenu-1, 0,1-30% wagowych związku Dianina, 2-35% wagowych dimerów p-izopropenylofenolu, 0,1-50% wagowych trisfenoli oraz 0,1-60% wagowych bisfenolu A i jego izomerów.

Główną zaletą zastosowania takiego ekstrahenta jest to, że odzyskany fenol nie zawiera żadnych nowych związków nie występujących w procesie wytwarzania bisfenolu A. W trakcie prób ekstrakcję prowadzono w aparacie kolumnowym, zaopatrzonym w płaszcz grzewczy w celu utrzymania temperatury procesu około 80-100°C ze względu na stosunkowo wysoką lepkość ekstrahenta. Okazało się jednak, że postępując według wyżej opisanego sposobu nie osiąga się wymaganego stopnia wyekstrahowania fenolu. Poza tym obecna w ekstrakcie woda utrudnia destylacyjne wydzielanie fenolu ze względu na zjawisko pienienia.

Istota wynalazku polega na wydzielaniu fenolu z wody przez ekstrakcję przy zastosowaniu jako ekstrahenta frakcji produktów ubocznych z procesu wytwarzania bisfenolu A, zawierającej głównie 0,1-30% wagowych p-izopropenylofenolu, 0,1-20% wagowych 1,3,3-trójmetylo-6-hydroksy-indenu-1, 0,1-30% wagowych związku Dianina, 2-35% wagowych dimerów p-izopropenylofenolu, 0,1-50% wagowych trisfenoli oraz 0,1-60% wagowych bisfenolu A i jego izomerów. Emulsję utworzoną z wodnego roztworu fenolu i wspomnianej wyżej frakcji kontaktuje się ewentualnie z kationitem typu sulfonowanego kopolimeru z dwuwinylobenzenem. Proces ekstrakcji prowadzi się w aparacie ekstrakcyjnym, korzystnie typu kolumny, utrzymując zmienny rozkład temperatur, przy czym w dolnej części aparatu, w strefie odstawania ekstraktu, utrzymuje się temperaturę w zakresie 105-180°C, w części środkowej, zwanej strefą ekstrakcji, w zakresie 90-120°C, a w górnej części aparatu, w strefie odstawania rafinatu, temperatura utrzymywana jest w zakresie 60-100°C.

Jest to najkorzystniejszy rozkład temperatur w całym aparacie ekstrakcyjnym, przy których uzyskuje się optymalne wyniki wyekstrahowania fenolu z wody oraz obniżenie zawartości wody w ekstrakcie.

P r z y k ł a d I. Do kolumny ekstrakcyjnej o średnicy 600 mm i wysokości 9 m podawano w sposób ciągły frakcję produktów ubocznych z procesu wytwarzania bisfenolu A, zawierającą między innymi 0,09% wagowych fenolu, 9,87% wagowych 1,3,3-trójmetylo-6-hydroksy-indenu-1, 7,85% wagowych związku Dianina, 4,48% wagowych dimerów p-izopropenylofenolu, 6% wagowych trisfenoli, 12,1% wagowych bisfenolu A i jego izomerów łącznie w ilości 270 kg/h oraz wodny roztwór fenolowy, zawierający 7,4% wagowych fenolu w ilości 530 kg/h.

Fazą zwartą w tej ekstrakcji była frakcja produktów ubocznych /ekstrahent/ a fazą rozproszoną wodny roztwór fenolu. Kolumna była ogrzewana parą wodną przez płaszcz podzielony na sekcje, co pozwoliło na utrzymywanie w czasie ekstrakcji następujących temperatur: dół kolumny 165-175°C, strefa ekstrakcji 105-115°C, góra kolumny 90-95°C. Po zakończeniu trwającej 8 godzin próby ciągłej ekstrakcji pobrano próbki ekstraktu i rafinatu w celu zanalizowania ich składu. Woda po ekstrakcji fenolu zawierała 0,7% wagowych fenolu. W ekstrakcie stwierdzono 11,62% wagowych fenolu oraz 1,2% wagowych wody.

P r z y k ł a d II. Przeprowadzono próbę ekstrakcji stosując aparaturę, surowce, przepływy i czas trwania próby jak w przykładzie I. W kolumnie utrzymywano następujące temperatury: dół kolumny 108-120°C, strefa ekstrakcji 95-105°C, góra kolumny 65-75°C. Woda po ekstrakcji zawierała 0,92% wagowych fenolu. W ekstrakcie stwierdzono 11,10% wagowych fenolu i 3,3% wagowych wody.

Z a s t r z e ż e n i e p a t e n t o w e

Sposób wydzielenia fenolu z technologicznych wód fenolowych otrzymywanych ubocznie w procesie wytwarzania bisfenolu A przez ekstrakcję przy zastosowaniu jako ekstrahenta frakcji produktów ubocznych z procesu wytwarzania bisfenolu A, zawierającej głównie 0,1-30% wagowych p-izopropenylofenolu, 0,1-20% wagowych 1,3,3-trójmetylo-6-hydroksy-indenu-1, 0,1-30% wagowych związku Dianina, 2-35% wagowych dimerów p-izopropenylofenolu, 0,1-50% wagowych trisfenoli oraz 0,1-60% wagowych bisfenolu A i jego izomerów, a emulję utworzoną z wodnego roztworu fenolu i wspomnianej wyżej frakcji kontaktuje się ewentualnie z kationitem typu sulfonowanego kopolimeru styrenu z dwuwinylobenzenem, według patentu nr 137 490, z n a m i e n n y t y m, że w aparacie ekstrakcyjnym, korzystnie typu kolumny, utrzymuje się zmienny rozkład temperatur, przy czym w dolnej części aparatu, w strefie odstawiania ekstraktu, utrzymuje się temperaturę w zakresie 195-180°C, w części środkowej, w strefie ekstrakcji, w zakresie 90-120°C, a w górnej części aparatu w strefie odstawiania rafinatu temperatura utrzymywana jest w zakresie 60-100°C.