

# URZĄD PATENTOWY w WARSZAWIE OPIS PATENTOWY

Nr 32264

Kl. 12 q, 14/01

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Frankfurt n/M 607 c 37/34

## Sposób wyługowywania fenoli

Zgłoszono 3 lutego 1939

Udzielono 12 października 1943

Pierwszeństwo: 5 lutego 1938 dla zastr. 2 i 3 (Niemcy)

Wynalazek niniejszy dotyczy wyługowywania fenoli z ich roztworów wodnych.

Fenole takie, jak sam fenol albo krezoze, ksylenole i produkty podobne, wykazują pewną rozpuszczalność i zdolności mieszania się z wodą. Usuwanie fenoli z ich wodnych roztworów albo zawiesin w celu odzyskania tych związków do dalszego użytku oraz w celu uwalniania cieczy odpadkowych od wszelkich zanieczyszczeń o charakterze fenolowym stanowi zagadnienie poważne. Ma się z nim do czynienia w przypadku wód pogazowych z pieców koksowniczych, w urządzeniach do zwęglania w niskiej temperaturze, w urządzeniach do uwodorniania i na ogół we wszystkich procesach, w których węgiel kamienny albo lignit itd. poddaje się zga-

zowywaniu całkowitemu lub częściowemu. W cieczach odpadkowych, otrzymywanych przy tym, fenole znajdują się w mieszaninie z amoniakiem i innymi związkami o charakterze zasadowym w rodzaju np. aminy, pirydyny i ich homologów oraz innych pochodnych azotowych. Również w przypadku wytwarzania fenoli za pomocą hydrolizy kwasów benzenosulfonowych albo chlorowcobenzenów otrzymuje się ciecz odpadkowe, zawierające rozpuszczone w nich fenole w słabym stężeniu. We wszystkich tych przypadkach zanieczyszczenia te powodują znaczne niedogodności z powodu ich charakteru trującego oraz (zwłaszcza w przypadku cieczy pogazowych) z powodu ich zapachu. Usuwanie fenoli z takich cieczy odpadkowych bez straty tych

cennych związków stanowi zagadnienie bardzo pod wielu względami poważne. Wiadomo, że w celu usuwania fenoli z takich cieczy odpadkowych próbowano stosować najrozmaitsze środki wylugowujące. Według wynalazku niniejszego ciekłe etery alifatyczne o punkcie wrzenia między 50 i 180° wprowadza się w ścisłe zetknięcie z cieczami zawierającymi fenole. Punkt wrzenia dobiera się w ten sposób, aby wyciąg można było łatwo rozdzielić przez destylację na etery i fenole. Pochłanianie fenoli przez te etery zachodzi z łatwością, przy czym etery, w których rozpuszczone są fenole, łatwo oddzielają się od oczyszczonych cieczy odpadkowych dzięki swej ograniczonej rozpuszczalności w wodzie. Następnie etery oddziela się od fenoli przez destylację. Jako etery stosuje się np. eter dwupropylowy i dwubutyłowy, dalej etery mieszane, np. metylo-*n*-butyloeter, a także mieszaniny takich eterów. Nazwy propyl i butyl obejmują związki normalne oraz związki izo. Etery rozpuszczone w wodzie można z niej odzyskiwać przez destylację z parą wodną, chociaż w większości przypadków można ten proces odzyskiwania pominąć dzięki bardzo małej rozpuszczalności tych eterów w wodzie.

Według wynalazku niniejszego można również wymienione etery stosować w mieszaninie z rozpuszczalnikami mieszającymi się z eterami, lecz praktycznie biorąc nierozpuszczalnymi w wodzie, np. z benzenem lub toluenem.

Sposób według wynalazku można stosować do przeróbki cieczy odpadkowej, zawierającej fenole, bez względu na to, czy ma się na celu uwalnianie cieczy od zanieczyszczeń, czy też odzyskiwanie fenoli. Wynalazek niniejszy opiera się na spostrzeżeniu, że etery opisanego typu znacznie obniżają napięcie powierzchniowe wody. Z powodu tego oraz z powodu stosunkowo małego ciężaru właściwego stosowanych eterów, a także stosunkowo małej

ich rozpuszczalności w wodzie następuje szybkie i łatwe rozdzielanie się przerabianej mieszaniny na warstwy bez wytwarzania piany. Prócz tego etery stosowane według wynalazku są doskonałymi rozpuszczalnikami fenoli, jak to dokładniej wyjaśniono w przykładach, i pod tym względem przewyższają węglowodory alifatyczne albo aromatyczne oraz produkty ich chlorowania, stosowane dotychczas jako środki do wylugowywania fenoli z ich roztworów wodnych.

Ze względu na szybkie rozdzielanie się warstw dzięki zastosowaniu wspomnianych eterów można proces wylugowywania wykonywać w sposób ciągły. Można to osiągać w sposób sam przez się znany, wprowadzając ciecz zawierającą fenole od wierzchołka wieży, a etery — od dna, przy czym pierwsza ciecz o większym ciężarze właściwym opada na dół, podczas gdy druga wznosi się w postaci małych kropelek.

Przykład I. 1 litr wodnego roztworu 20 g fenolu oraz 50 g chlorku sodowego dokładnie miesza się przez pewien czas ze 100 cm<sup>3</sup> eteru *n*-dwupropylowego. Po odstaniu się następuje rozdzielenie się mieszaniny na dwie warstwy, z których wodna zawiera 4,45 g fenolu, podczas gdy w warstwie eteru dwupropylowego znajduje się 15,55 g fenolu. Po usunięciu warstwy wodnej i ponownym zmieszaniu jej ze 100 cm<sup>3</sup> świeżego eteru dwupropylowego eter ten wylugowuje dalsze 3,39 g fenolu. Jeżeli warstwę wodną podda się wstrząsaniu jeszcze raz ze 100 cm<sup>3</sup> świeżego eteru dwupropylowego, to eter ten wylugowuje dalsze 0,81 g fenolu. A zatem wydajność zabiegu odzyskiwania fenolu po 3-krotnym wylugowywaniu wynosi 19,75 g (co odpowiada 98,8% fenolu zawartego w wodzie). W cieczy odpadkowej pozostaje jeszcze 0,25 g fenolu i zaledwie 1,5 cm<sup>3</sup> eteru dwupropylowego. Jeżeli wylugowywanie prowadzi się w sposób ciągły w odpowiedniej

kolumnie, to fenole zostają usunięte praktycznie biorąc całkowicie.

Przykład II. Jeżeli w opisanych warunkach, jak w przykładzie I, rozpocznie się wylugowywanie z roztworu zawierającego w litrze 24 g fenolu i 150 g chlorku sodowego, to eter dwupropylowy po 3-krotnym wylugowywaniu zabiera z roztworu 23,98 g fenolu (co odpowiada 99,9% fenolu zawartego w wodzie). W wodnym roztworze pozostaje jeszcze 0,02 g fenolu i około 0,1 cm<sup>3</sup> eteru dwupropylowego.

Przykład III. Nasycony roztwór siarczany sodowego, zawierający 9,28 g fenolu w litrze, uwalnia się praktycznie biorąc całkowicie od fenolu po 2 wylugowywa-

niach eterem dwupropylowym, jak opisano w przykładzie I. W uwolnionym roztworze siarczany sodowego eter dwupropylowy znajduje się zaledwie w postaci drobnych śladów.

Przykład IV. 1 litr roztworu fenolu, zawierającego odpowiednio 20,2 g albo 18,6 g fenolu i 50 g chlorku sodowego w litrze, poddano wylugowywaniu, jak w przykładzie I, stosując zamiast eteru dwupropylowego 100 cm<sup>3</sup> innego eteru w rodzaju eteru dwuizopropylowego, eteru metylo-*n*-butylowego metylo-izobutylowego, etylo-izobutylowego oraz *n*-dwubutylowego; otrzymane wyniki zebrano w poniższej tabeli.

| Środek wylugowujący             | Gramów fenolu w litrze roztworu przerabianego | Gramów fenolu w wyciągu |      |      | Ilość fenolu po 3-krotnym wylugowywaniu | Skład cieczy odpadowej po 3-krotnym wylugowywaniu |                                          |
|---------------------------------|-----------------------------------------------|-------------------------|------|------|-----------------------------------------|---------------------------------------------------|------------------------------------------|
|                                 |                                               | 1                       | 2    | 3    |                                         | Fenolu g/l                                        | środku wylugowującego cm <sup>3</sup> /l |
| Eter dwuizopropylowy            | 20,2                                          | 15,44                   | 3,20 | 0,71 | 95,8%                                   | 0,85                                              | 5                                        |
| Eter metylo- <i>n</i> -butylowy | 18,6                                          | 14,60                   | 3,15 | 0,66 | 99,0%                                   | 0,19                                              | 1                                        |
| Eter metylo-izobutylowy         | 20,2                                          | 15,22                   | 3,44 | 0,63 | 95,5%                                   | 0,91                                              | 4                                        |
| Eter etylo-izobutylowy          | 18,6                                          | 13,30                   | 3,40 | 1,76 | 99,2%                                   | 0,14                                              | 1                                        |
| Eter <i>n</i> -dwubutylowy      | 20,2                                          | 13,06                   | 5,01 | 1,44 | 96,6%                                   | 0,69                                              | 2                                        |

Przykład V. Roztwór, zawierający 2,66 g fenolu w litrze i otrzymany działaniem wodnego roztworu wodorotlenku sodowego na chlorobenzen w temperaturze wysokiej, uwalnia się odeń przez 3-krotne wylugowywanie eterem dwupropylowym, jak opisano w przykładzie I, przy tym wydajność wynosi do 96,6%.

środek wylugowujący stosuje się ciekłe etery alifatyczne o punkcie wrzenia między 50 i 180°.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że do wylugowywania stosuje się eter dwupropylowy.

3. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że do wylugowywania stosuje się eter dwubutylowy.

#### Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wylugowywania fenoli z ich wodnych roztworów przy pomocy środków wylugowujących, znamienny tym, że jako

I. G. Farbenindustrie  
Aktiengesellschaft  
Zastępca: M. Skrzypkowski  
rzecznik patentowy