

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

111578

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 29.08.78 (P. 209297)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 02.07.79

Opis patentowy opublikowano: 30.11.1981

Int. Cl².

C07C 179/06

CZYTELNIA

Urzedu Patentowego

Twórcy wynalazku: Zdzisław Kulicki, Stefan Baj

Uprawniony z patentu tymczasowego: Politechnika Śląska im. Wincentego Pstrowskiego,
Gliwice (Polska)

Sposób wydzielania dwuwodoronadtlenku m- lub p-dwuizopropylobenzenu z mieszaniny po utlenianiu m- lub p-dwuizopropylobenzenu w fazie ciekłej tlenem

Przedmiotem wynalazku jest sposób wydzielania dwuwodoronadtlenku m- lub p-dwuizopropylobenzenu z mieszaniny po utlenianiu m- lub p-dwuizopropylobenzenu w fazie ciekłej tlenem cząsteczkowym. Te dwuwodoronadtlenki są stosowane do produkcji odpowiednio rezorcyny lub hydrochinonu.

W znanych z brytyjskiego opisu patentowego nr 1 343 644 i opisu patentowego RFN nr 2 336 649 metodach wydzielania dwuwodoronadtlenku m- lub p-dwuizopropylobenzenu wykorzystuje się różnicę kwasowości produktów utleniania.

Dwuwodoronadtlenek reaguje z rozcieńczonymi roztworami ługu dając rozpuszczalne w wodzie sole. Znałe są metody odzyskiwania dwuwodoronadtlenku z roztworu alkalicznego np. przez neutralizację całego roztworu alkalicznego rozpuszczalnikami, jak podaje brytyjski opis patentowy nr 1 343 644 lub ekstrakcję roztworu alkalicznego rozpuszczalnikami organicznymi w podwyższonej temperaturze jak podaje opis patentowy RFN nr 2 331 892.

Wadą tych metod jest uzyskiwanie dużych ilości ścieków w przypadku neutralizacji całego roztworu alkalicznego lub obniżenia selektywności procesu wskutek rozpadu dwuwodoronadtlenku w przypadku ekstrakcji w podwyższonej temperaturze.

Sposób według wynalazku wydzielania dwuwodoronadtlenku m- lub p-dwuizopropylobenzenu z mieszaniny po utlenianiu m- lub p-dwuizopropylobenzenu w fazie ciekłej tlenem, polega na tym, że dwuwodoronadtlenek ekstrahuje się z mieszaniny po utlenianiu m- lub p-dwuizopropylobenzenu 4–10% roztworem wodorotlenku sodu, a następnie z alkalicznego roztworu wydziela się go w postaci soli sodowej poprzez krystalizację w temperaturze niewiele wyższej od temperatury krzepnięcia układu to jest od -10°C do $+10^{\circ}\text{C}$.

Sposób według wynalazku pozwala na zmniejszenie zużycia surowców pomocniczych, zmniejszenie ilości powstających ścieków i podwyższa wydajność procesu. Ługi pokrystaliczne uzyskane po wydzieleniu soli sodowej dwuwodoronadtlenku wzbogacone w świeży wodorotlenek sodu mogą być użyte do dalszych ekstrakcji.

Przykład. Mieszaninę po utlenianiu m-dwuizopropylobenzenu w fazie ciekłej tlenem cząsteczkowym, zawierającą 48,3% monowodoronadtlenku, 12,1% dwuwodoronadtlenku, 3,1% hydroksywodoronadtlenku i 18%

m-kumylodwumetylokarbinolu ekstrahowano 10% roztworem wodorotlenku sodu użytym w ilości dwukrotnie większej niżby to wynikało ze stechiometrii w przeliczeniu na dwuwodoronadtlenek. Alkaliczny ekstrakt prze-
mywano trzykrotnie niewielką ilością m-dwuizopropylobenzenu w celu oddzielenia resztek oksydatu, a następnie
oziębiono do temperatury -5°C . Odsączono na zimno wykrystalizowaną sól sodową dwuwodoronadtlenku, którą
prze-
mywano kolejno heksanem i chlorkiem metylenu. Tak oczyszczony osad zawierał 98% soli sodowej dwuwo-
doronadtlenku. Alkaliczny przesącz uzyskany po wydzieleniu soli sodowej dwuwodoronadtlenku rozpuszczono
w jak najmniejszej ilości wody i neutralizowano dwutlenkiem węgla. Dwuwodoronadtlenek sączono i suszono
pod zmniejszonym ciśnieniem. Całkowita wydajność procesu wynosiła 98%.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wydzielania dwuwodoronadtlenku m- lub p-dwuizopropylobenzenu z mieszaniny po utlenieniu m-
lub p-dwuizopropylobenzenu, z n a m i e n n y t y m, że sól sodową dwuwodoronadtlenku wykrystalizowy-
wuje się w obniżonej temperaturze od -10 do $+10^{\circ}\text{C}$ z roztworu alkalicznego uzyskanego przez ekstrakcję pro-
duktów utlenienia m- lub p-dwuizopropylobenzenu roztworem 4–10% wodorotlenku sodu.