



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

236 128

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 23 08 83
(21) PV 6127-83

(51) Int. Cl.³

C 07 C 37/86,
(C 07 C 37/86,
39/07

(40) Zveřejněno 17 09 84
(45) Vydáno 01 08 87

(75)
Autor vynálezu

ČIERNIK JÁN ing. CSc.,
SPOUSTA EDUARD ing. CSc., BRNO

(54)

Způsob rafinace 2,6-xylenolu

Vynález se týká čištění 2,6-xylenolu od jiných fenolů s volbou ortho-polohou. Surový 2,6-xylenol se zahřívá pod tlakem při teplotě 140 až 190 °C s paraformaldehydem v množství 5 až 200 % hmotnostních na hmotnost nečistot a po oddestilování reakční vody se 2,6-xylenol z reakční směsi izoluje destilací. Čistý 2,6-xylenol je použitelný jako meziprodukt při výrobě plastů, barviv a stabilizátorů.

Vynález se týká způsobu chemického čištění 2,6-xylenolu, který má být použit jako meziprodukt při výrobě plastů, barviv a stabilizátorů.

Zdrojem 2,6-xylenolu je reakční směs po metylaci fenolu, která obsahuje především metylfenoly (o-, m- a p-krezoly), di- a trimethylfenoly. V menší míře z kvantitativního hlediska nepodstatné, i další produkty metylace fenolu. Podle reakčních podmínek metylace fenolu obsahuje reakční směs různý poměr o-krezolu a 2,6-xylenolu, a to podle požadavku zda hlavním produktem metylace má být o-krezol nebo 2,6-xylenol. Po oddestilování o-krezolu zůstává ve zbytku reakční směsi jako hlavní a nejdůležitější složka 2,6-xylenol. Z ostatních metylderivátů fenolu tvoří samotné o-, m- a p-krezoly až 95 % nečistot.

Z této směsi se dosud 2,6-xylenol izoloval a izoluje fyzikálními postupy, jako jsou rektifikace, krystalizace, frakční krystalizace nebo kombinací těchto postupů. Pro všechny tyto postupy je charakteristické, že jsou značně energeticky náročné, zdoluhavé a vyžadují složité a nákladné zařízení.

Je známo, že s úspěchem lze technický 2,6-xylenol zbavovat výše uvedených nečistot reakcí s paraformaldehydem nebo vodným roztokem formaldehydu za přítomnosti katalyzátorů.

Předmětem vynálezu je způsob rafinace 2,6-xylenolu, obsahujícího jako nečistoty v různém poměru produkty metylace fenolu tvořené deriváty fenolu alespoň s jednou volnou ortho- polohou k fenolické hydroxylové skupině, jakož i nezreagovaný fenol, zahříváním s paraformaldehydem, vyznačený tím, že výše uvedená směs fenolických látek zahřívá se v tlakové nádobě při teplotě 140 až 190 °C s paraformaldehydem v množství 5 až 200 % hmotnostních na hmotnost nečistot a po oddestilování reakční vody se 2,6-xylenol z reakční směsi izoluje destilací.

Vedlejší produkty, doprovázející 2,6-xylenol, deriváty fenolu mající alespoň jednu volnou o-polohu vzhledem k fenolické OH-skupině, lze prakticky odstranit zahříváním této směsi s paraformaldehydem za zvýšeného tlaku při teplotách 140 až 190 °C. Použité množství paraformaldehydu závisí na obsahu nečistot fenolického charakteru. Jako účinné množství lze použít 5 až 200 % hmotnostních paraformaldehydu na obsah výše uvedených nečistot. Použití většího množství paraformaldehydu je neekonomické. Nejúčinnější množství je 20 až 60 % hmotnostních na obsah nečistot. Nejvhodnější teplota je zpravidla 170 až 180 °C. Zvýšený tlak v tlakové reakční nádobě vzniká samovolně depolymerací paraformaldehydu a odpařováním níže vroucích látek.

Charakteristickým rysem pro tento nový způsob čištění technického 2,6-xylenolu je jednoduchost a rychlost provedení, jednoduchost a nenáročnost výrobního zařízení se značnou úsporou energie. Tímto způsobem lze získat 2,6-xylenol o čistotě vyšší než 99,5 % hmotnostních.

Další výhodou tohoto postupu je, že se pracuje bez katalyzátorů, které není nutno po skončení čištění odstraňovat.

Ve srovnání se stejným postupem provedeným za atmosférického tlaku se dosahuje v tomto případě vyšší účinnosti rafinace.

Vynález osvětlí následující příklady (% v příkladech jsou hmotnostní).

Příklad 1

Do kovového autoklávu o obsahu 500 ml opatřeného míchadlem a teploměrem se vynes 305 g technického 2,6-xylenolu obsahujícího 12 % jiných metylderivátů fenolu (vznikajících při metylaci fenolu) a přidá 10,2 g paraformaldehydu. Směs se za míchání zahřívá 3 hodiny při 175 °C, pak se vypustí, reakční voda oddestiluje a 2,6-xylenol předestiluje.

Získá se 254 g 2,6-xylenolu o obsahu 0,5 % nečistot.

Příklad 2

Postupuje se podle příkladu 1, jen se použije poloviční množství (5,1 g) paraformaldehydu.

Získá se 266 g 2,6-xylenolu o obsahu 1,1 % nečistot.

Příklad 3

Postupuje se podle příkladu 1, jen paraformaldehydu se použije 1,9 g.

Získá se 294 g 2,6-xylenolu o obsahu 8,5 % nečistot.

Příklad 4

236 128

Postupuje se podle příkladu 1, jen paraformaldehydu se použije 36,6 g.

Získá se 245 g 2,6-xylenolu o obsahu 0,2 % nečistot.

Příklad 5

Postupuje se podle příkladu 1, jen použitý technický 2,6-xylenol obsahuje 6 % nečistot a paraformaldehydu se použije 36 g.

Získá se 234 g 2,6-xylenolu o obsahu 0,1 % nečistot.

Příklad 6

Postupuje se podle příkladu 5, jen reakční směs se zahřívá při teplotě 140 °C.

Získá se stejné množství 2,6-xylenolu o obsahu 0,4 % nečistot.

Příklad 7

Postupuje se podle příkladu 1, jen reakční směs se zahřívá při teplotě 190 °C.

Získá se 250 g 2,6-xylenolu o obsahu 0,4 % nečistot.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

236 128

Způsob rafinace 2,6-xylenolu, obsahující^{ho} jako nečistoty produkty metylace fenolu tvořené deriváty fenolu alespoň s jednou volnou ortho-polohou k fenolické hydroxylové skupině, jakož i nezreagovaný fenol, zahříváním s paraformaldehydem, v y z n a č e n ý tím, že se výše uvedená směs fenolických látek zahřívá v tlakové nádobě při teplotě 140 až 190 °C s paraformaldehydem v množství 5 až 200 % hmotnostních na hmotnost nečistot a po oddestilování reakční vody se 2,6-xylenol z reakční směsi izoluje destilací.