

(12) Ausschließungspatent

(11) DD 283 801 A5



Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz
der DDR vom 27.10.1983
in Übereinstimmung mit den entsprechenden
Festlegungen im Einigungsvertrag

5(51) C 07 C 39/02
C 07 C 37/86

DEUTSCHES PATENTAMT

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	DD C 07 C / 327 696 8	(22)	17.04.89	(44)	24.10.90
(31)	P3813634.1	(32)	22.04.88	(33)	DE

(71) siehe (73)
 (72) Talbiersky, Jörg, Dr. Dipl.-Chem.; Stolzenberg, Konrad, Dr. Dipl.-Ing.; Wefringhaus, Bernhard, DE
 (73) Rütgerswerke Aktiengesellschaft, Frankfurt (M.), DE
 (74) Internationales Patentbüro Berlin, Wallstraße 23/24, Berlin, 1020, DD

(54) Verfahren zur drucklosen Sättigung salzbelasteter Phenolatlauge

(55) Phenol; Phenolatlauge; Kohlendioxid; Soda (Natriumcarbonat); Sättigung; Bicarbonat (Natriumbicarbonat); Wasser; Primärsättigungsstufe; Nachsättigungsstufe; Nachreaktionsstufe

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur drucklosen Sättigung salzbelasteter Phenolatlauge. Nur Sättigung salzbelasteter Phenolatlauge mit CO₂-haltigem Gas wird ein dreistufiges Verfahren vorgeschlagen. In der Primärsättigungsstufe wird 70 bis 75% des Phenolats in Phenol umgesetzt. Die Sodaphase der Primärsättigung enthält noch Phenolate, aber kein Bicarbonat. In der Nachsättigungsstufe wird die Rohphenolphase der Primärsättigung mit Wasser verdünnt und das darin enthaltene Phenolat in hoher Ausbeute rasch zu Phenolen umgesetzt. Die dabei anfallende Sodaphase enthält ausreichende Bicarbonatmengen, mit denen in der Nachreaktionsstufe das Phenolat der Sodaphase der Primärsättigung in Phenole umgewandelt werden. Der Bicarbonatanteil in der Sodaphase dieser dritten Stufe liegt zwischen 0,3 und 1 Gew.-%.

Patentansprüche:

- 1. Verfahren zur Sättigung salzbelasteter Phenolatlaugen mit einem Kohlendioxid enthaltenden Gas in mehreren Stufen, dadurch gekennzeichnet, daß eine auf 40 bis 50°C vorgewärmte Phenolatlauge in der Primärsättigungsstufe bei 60 bis 70°C unter Atmosphärendruck in der Füllkörperkolonne (2) im Gegenstrom mit einer solchen Menge eines CO₂ enthaltenden Gases behandelt wird, daß das Phenolat zu 60 bis 60 Gew.-% in Rohphenol umgewandelt wird, das Rohphenol im Abscheider (11) von der Soda lauge getrennt wird, das erhaltene Rohphenol im Verhältnis 5:1 bis 2:1 mit Wasser gemischt, in der Nachsättigungsstufe bei 40 bis 60°C unter atmosphärischem Druck in der Füllkörperkolonne (6) im Gegenstrom mit einem CO₂-haltigen Gas behandelt und das Rohphenol mit Abscheider (19) von der Soda lauge getrennt wird, wobei die Wasserzugabe so gesteuert wird, daß die Dichtedifferenz zwischen Rohphenol und Soda lauge aus der Nachsättigungsstufe mindestens 0,02 g cm⁻³ beträgt, und die Soda lagen der vorhergehenden Stufen in einer Nachreaktionsstufe bei 40 bis 60°C gemischt und die dabei freiwerdenden Phenole abgetrennt werden, wobei die Menge des CO₂-haltigen Gases der Nachsättigungsstufe so geregelt wird, daß die Bicarbonatkonzentration in der Soda lage aus der Nachreaktionsstufe 1 Gew.-% nicht übersteigt.
- 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Phenolat in der Primärsättigungsstufe zu 70 bis 75 Gew.-% in Phenole umgewandelt wird.
- 3. Verfahren nach den Ansprüchen 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die CO₂-Menge in der Primärsättigungsstufe über die Phenolatkonzentration der Sodaphase geregelt wird.
- 4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Wasserzugabe zum Rohphenol aus der Primärsättigungsstufe mindestens so groß ist, daß die Salzkonzentration in der Sodaphase der Nachsättigungsstufe 20 Gew.-% nicht übersteigt.
- 5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß das Rohphenol aus der Primärsättigungsstufe mit dem Kondensat aus der Rohphenolentwässerung verdünnt wird.
- 6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Bicarbonatkonzentration in der Sodaphase der Nachreaktionsstufe zwischen 0,3 und 1 Gew.-% liegt.
- 7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß das Abgas aus der Nachsättigungsstufe mit Frischgas gemischt in die Primärsättigungsstufe eingespeist wird.

Anwendungsgebiet

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur drucklosen Sättigung salzbelasteter Phenolatlaugen mit gasförmigem Kohlendioxid. Phenole werden aus Steinkohlenteer dadurch gewonnen, daß die Phenole zunächst in der Leichtöl- und Karbolölfaktion angereichert werden und daraus durch Extraktion mit Natronlauge unter Phenolatbildung abgetrennt werden. Durch Sättigung mit gasförmigem Kohlendioxid in Füllkörperkolonnen werden dann die Phenole aus dem Phenolat ausgefällt. Dabei bilden sich eine Soda- und eine Rohphenolphase. Mit fortschreitender Sättigung kommt es jedoch zu Soda- und Bicarbonatausfällungen, die zu einer Verstopfung der Füllkörperkolonne führen können.

Charakteristik des bekannten Standes der Technik

In der DD-PS 234413 wird daher vorgeschlagen, die Sättigung (Karbonisierung) der Phenolatlauge mit Kohlendioxid bei Temperaturen zwischen 40 und 80°C in einer Gleichstromfüllkörperkolonne bei Flüssigkeitsberieselungsdichten von größer als 40 m³/m²h bis zu einem pH-Wert von 10 bis 11 durchzuführen.

Die intensive Besprühung der Füllkörper verhindert dabei das Absitzen der Salze. Die Kohlendioxidzufuhr wird dabei über eine pH-Wertmessung so gesteuert, daß die Karbonisierung vorzugsweise bei einem pH-Wert von 10,5 abgebrochen wird, um das Ausfällen des Bicarbonats zu verhindern.

Versuche haben gezeigt, daß eine relativ hohe Phenolatlaugeumsetzung einstufig nur erreicht werden kann, wenn die Phenolatlauge keine Fremdsalze enthält.

Je nach Qualität der Ausgangskomponenten Koks und Kalkstein für die Brantkalkgewinnung gelangen in dem großtechnischen Verfahren über die Kaustifizierung mehr oder weniger große Mengen an Silizium, Eisen, Aluminium und Magnesium in den Phenolatlaugen-Kreislauf. Weitere Salze wie z.B. Natriumsulfat gelangen aus der Extraktion phenolhaltiger Abwässer in die Phenolatlauge. Bei mit Fremdsalzen verunreinigter Phenolatlauge tritt bereits bei einer etwa 90%igen Sättigung eine starke Salzausfällung auf. Bei schlechter Phasendurchmischung treten die Ausfällungen bereits bei wesentlich geringeren Sättigungsgraden auf. So können bereits bei 76%iger Sättigung schon nennenswerte Soda ausfällungen stattfinden.

Um eine möglichst quantitative Umsetzung des Phenolats zu erreichen, wird daher in der DD-PS 19211 vorgeschlagen, die Sättigung nur soweit zu führen, daß keine wesentlichen Mengen an Bicarbonat entstehen. Das Phenolat enthaltende Rohphenol wird abgetrennt und einer Nachsättigung in einem mit Schikanen versehenem Rohr bei 30 bis 50°C unter erhöhtem Druck

- unterzogen, wobei Rohphenol und Kohlendioxid im Gleichstrom geführt werden. Die Nachsättigung geht dabei bewußt bis zur Bicarbonatstufe. Wegen der geringen Löslichkeit des Bicarbonats und der damit verbundenen Verringerung der Dichteunterschiede wird auf eine Verdünnung mit Wasser in der Nachsättigungsstufe verzichtet und eine Ausfällung der Salze in Kauf genommen.
- Nachteilig an diesem Verfahren ist die geringe Reaktionsgeschwindigkeit: Bei hohen Umsetzungsgraden sinkt bei einer Reaktionsführung im Gleichstrom die Reaktionsgeschwindigkeit. Um dies zu kompensieren, wird im allgemeinen die Einspeisung von Kohlendioxid erhöht. Verlangsamt wird auch die apparativ bedingte schlechte Durchmischung der Reaktionsprodukte. Hinzu kommt die erhöhte apparative Aufwand für die Erzeugung und Aufrechterhaltung des erhöhten Drucks. Der hohe Anteil an Bicarbonaten bedingt außerdem einen erhöhten Bedarf an Branntkalk zur Rückgewinnung der Natronlauge.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, die Sättigung salzbelasteter Phenolatlaugen drucklos mit optimalen Ausbeuten bei hoher Reaktionsgeschwindigkeit durchzuführen, ohne daß störende Salzausscheidungen auftreten.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Es bestand daher die Aufgabe, ein mehrstufiges Sättigungsverfahren für salzbelastete Phenolatlaugen zu entwickeln, das die geschilderten Nachteile beseitigt.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß eine auf 40 bis 50°C vorgewärmte Phenolatlauge in der Primärsättigungsstufe bei 60 bis 70°C unter Atmosphärendruck in der Füllkörperkolonne 2 im Gegenstrom mit einer solchen Menge eines CO₂ enthaltenden Gases behandelt wird, daß das Phenolat zu 60 bis 80 Gew.-% in Rohphenol umgewandelt wird, das erhaltene Rohphenol im Verhältnis 5:1 bis 2:1 mit Wasser gemischt, in der Nachsättigungsstufe bei 40 bis 60°C unter atmosphärischem Druck in der Füllkörperkolonne 6 im Gegenstrom mit einem CO₂-haltigen Gas behandelt, und das Rohphenol im Abscheider 19 von der Soda lauge getrennt wird, wobei die Wasserzugabe so gesteuert wird, daß die Dichtedifferenz zwischen Rohphenol und Soda lauge aus der Nachsättigungsstufe mindestens 0,02 g cm⁻³ beträgt, und die Soda lauge der vorhergehenden Stufen in einer Nachreaktionsstufe bei 40 bis 60°C gemischt und die dabei freiwerdenden Phenole abgetrennt werden, wobei die Menge des CO₂-haltigen Gases der Nachsättigungsstufe so geregelt wird, daß die Bicarbonatkonzentration in der Soda lauge aus der Nachreaktionsstufe 1 Gew.-% nicht übersteigt.

Es wurde festgestellt, daß eine mit CO₂ behandelte Phenolatlauge üblicher Konzentration einerseits bei einem Umsetzungsgrad von etwa 60% beginnt, sich in eine Rohphenol- und eine Soda lagenphase zu trennen, andererseits die Reaktionsgeschwindigkeit mit höherem Umsetzungsgrad abnimmt und vor allem bei einem Umsetzungsgrad von mehr als 80% für technische Zwecke unzulänglich wird. Ferner kann es bei mehr als 76%iger Sättigung bereits zu Soda ausfällungen kommen. Die CO₂-Menge wird daher in der Primärsättigungsstufe so geregelt, daß insbesondere 70 bis 75 Gew.-% des Phenols in Rohphenol umgewandelt werden. Die Obergrenze dieses bevorzugten Sättigungsbereiches garantiert demnach eine genügend rasche Sättigung ohne Salzausfällung. Die Untergrenze von 70 Gew.-% dient zur Minimierung des Aufwandes für die Nachsättigung und soll die Aufspaltung der Phenolatlauge in die Soda- und Rohphenolphase gewährleisten.

Es wurde vorgeschlagen, die CO₂-Menge in der ersten Sättigungsstufe über den pH-Wert zu steuern (DD-PS 234413). Diese Methode ist aber für den vorliegenden Fall ungeeignet, da sich dieser Wert in dem vorgeschlagenen Bereich nur wenig ändert, wie die nachstehende Tabelle zeigt:

Umsatz (%)	0	62	76	84	91
pH bei 65°C	12,25	10,58	10,55	10,25	9,35

Darüber hinaus führen unterschiedliche Salzbelastungen zu größeren Fehlern bei der in DD-PS-234 vorgeschlagenen Steuerungsmethode. Da der Umsatz (Rohphenol/eingesetzte Phenolatmenge) außer von apparativ bedingten Parametern auch von den verfahrenstechnischen Randbedingungen wie Konzentration, Temperaturen und Strömungsgeschwindigkeiten abhängig ist, wäre eine genaue Bestimmung dieser Parameter regelungstechnisch sehr aufwendig.
Es wurde nun gefunden, daß der Umsetzungsgrad U linear von der Phenolatkonzentration C in der Soda lage abhängt:

$$U = a - b \cdot C$$

Die Parameter a und b sind anlagenspezifisch und über weite Bereiche unabhängig von der Berieselungsdichte, den Gasdurchsätzen und den Konzentrationen an Salz und Phenolat, so daß die entsprechende Gleichung für eine bestimmte Anlage in einfacher Weise ermittelt werden kann.

Als Ursache für die verringerte Reaktionsgeschwindigkeit der Phenolatumsetzung nach der Phasentrennung ist der mit steigendem Rohphenolgehalt abnehmende Wassergehalt der Rohphenolphase und die damit verbundene Abnahme des Lösungsvermögens für das aus dem Phenolat gebildete Natriumcarbonat (Soda) anzusehen. Letzteres führt auch zur Kolonienverschmutzung. Daher ist es notwendig, das Phenolat enthaltende Rohphenol aus der Primärsättigung mit Wasser oder einer wässrigen Salzlösung zu verdünnen. In der Literatur wird die Verdünnung mit Wasser wegen des zu geringen Unterschiedes der dichten der Rohphenol- und der Soda lagenphase als ungünstig angesehen.

Es wurde nun gefunden, daß bei üblichen Sättigungstemperaturen von 40–80°C ein Dichteunterschied von 0,02 g cm⁻³ durchaus für eine rasche Phasentrennung ausreicht. Da andererseits bis zu einer Salzkonzentration von etwa 20% keine Soda ausfällung zu befürchten ist, wird die Wasserzugabe so gesteuert, daß der Dichteunterschied nicht geringer als 0,02 g cm⁻³ wird und die

Salzkonzentration in der Sodalauge der Nachsättigungsstufe 20 Gew.-% nicht übersteigt. Als Verdünnungswasser wird bevorzugt das Kondensat aus der Phenolentwässerung verwendet, das noch gelöste azeotrope abdestillierte Phenole enthält, um die Phenolverluste gering zu halten.

- Da die Sodalauge der Nachsättigung Bicarbonat und die aus der Primärsättigung auch noch Phenolate enthalten, werden sie miteinander gemischt und nach dem Dekantieren des Sodalaugengemisches das sich abscheidende Rohphenol abgetrennt. Die Phenolate setzen sich dabei mit dem Bicarbonat der Sodalauge aus der Nachsättigung zu Phenolen und Soda um. Diese Nachreaktion liefert einen positiven Beitrag zum Gesamtumsetzungsgrad und verringert den Phenolgehalt im Kalkschlamm. Um den Aufwand bei der Kaustifizierung niedrig zu halten, wird die CO₂-Menge in der Nachsättigungsstufe so geregelt, daß der Bicarbonat (NaHCO₃-) -Gehalt in der Soda (Na₂CO₃-)-Lauge aus der Nachreaktion unter 1 Gew.-%, vorzugsweise zwischen 1 und 0,3 Gew.-%, liegt. Das die Nachsättigung verlassene noch CO₂ enthaltende Gas kann in den CO₂-haltigen Gasstrom für die Primärsättigungsstufe eingespeist werden.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung wird anhand des vereinfachten Verfahrensschemas (Fig.) näher erläutert. Wegen der besseren Übersichtlichkeit sind Pumpen, Temperaturmeßgeräte, Niveauanzeigen und zusätzliche Absperrorgane, Durchflußmesser und Anschlüsse für Analysengeräte nicht in dem Verfahrensschema dargestellt.

Über die Leitung 1 wird auf 45°C vorgewärmte Phenolatlauge gekennzeichnet durch folgende Analysenwerte

Freies NaOH	0,8 Gew.-%
Phenolat	25,8 Gew.-%
Na ₂ CO ₃	1,8 Gew.-%
Na ₂ SO ₄	4,0 Gew.-%
Na-Benzozat	3,5 Gew.-%
Dichte/65°C	1,150 g/m ³

auf den Kopf der Füllkörperkolonne 2 aufgegeben. Die Berieselungsdichte beträgt 7 m h⁻¹. Die Menge wird über das von der Meßstelle 3 gesteuerte Ventil 4 konstant gehalten.

Über die Leitung 5 wird ein Gemisch aus Kalkofengas mit 33 Vol.-% CO₂ und dem Abgas aus der Füllkörperkolonne 6 der Nachsättigungsstufe in den unteren Teil der Kolonne 2 eingespeist und im Gegenstrom zur Phenolatlauge geführt. Dabei wird die Menge an Kalkofengas über das von dem Mikroprozessor 7 gesteuerte Ventil 8 so geregelt, daß die Phenoaltkonzentration der Sodalauge an der Meßstelle 9 in der Leitung 10 am Austritt aus dem Abscheider 11 der Primärsättigung etwa bei 2,5 Gew.-% liegt. Das entspricht einem Umsetzungsgrad von 71,6%.

In Vorversuchen wurde die Abhängigkeit des Phenolatanteils C der Sodaphase von dem Phenolatumsetzungsgrad U in der Primärsättigung bestimmt. Es gilt folgende Gleichung für die lineare Abhängigkeit im Sättigungsbereich zwischen 60 und 80% in dieser Anlage:

$$U = 85,39 - 5,508 C$$

Die Gleichung gilt bei einer zugelassenen Abweichung von ±1,5% für Phenoaltlaugen innerhalb folgender Spezifikation:

Freies NaOH	0,5–2,0 Gew.-%
Phenolat	20–30 Gew.-%
Na ₂ CO ₃	1–3 Gew.-%
Na ₂ SO ₄	2–5 Gew.-%
Na-Benzozat	2–4 Gew.-%

Die Berieselungsdichten liegen im Bereich von 7 bis 10 m/h bei einem Gasdurchsatz von 1000 bis 1500 m³/h jeweils bezogen auf den leeren Kolonnenquerschnitt, wobei die CO₂-Konzentration im Bereich von 20 bis 40 Vol.-% liegen sollte.

Um auf plötzlich auftretende Konzentrations- oder Mengenänderungen vorzeitig reagieren zu können, ist der Mikroprozessor 7 außerdem mit der Meßstelle 3 zur Mengenmessung der Phenolatlauge, der Meßstelle 12 zur Bestimmung des Phenolatanteils in der Phenolatlauge, der Meßstelle 13 für die Messung des Gasvolumens und der Meßstelle 14 zur Bestimmung des CO₂-Anteils im Gasstrom verbunden.

Über eine Versuchsdauer von 24 h wurde in der Primärsättigungsstufe in etwa 41 Gew.-% Ausbeute eine Rohphenolphase gewonnen mit folgenden mittleren Analysendaten:

Phenolat	13,1 Gew.-%
Na ₂ CO ₃	2,0 Gew.-%
Na ₂ SO ₄	2,4 Gew.-%
Na-Benzozat	3,6 Gew.-%
Phenole	33,4 Gew.-%

Die im Abscheider 11 abgetrennte bicarbonatfreie Sodaphase mit einer Dichte (65°C) von 1,220 g cm⁻³ hatte eine folgende mittlere Zusammensetzung:

Phenolat	2,5 Gew.-%
Na ₂ CO ₃	16,5 Gew.-%
Na-Benzozat	3,2 Gew.-%
freie Phenole	2,6 Gew.-%
Na ₂ SO ₄	4,8 Gew.-%

Daraus errechnet sich ein Umsetzungsgrad des Phenolats von 73,0%.

Die im Abscheider 11 anfallende Rohphenolphase wird, nachdem ihr über die Leitung 15 Wasser zugemischt wurde, über die Leitung 16 in den Kopf der Füllkörperkolonne 6 der Nachsättigungsstufe eingespeist. Die Wassermenge wird über das von dem Mikroprozessor 17 gesteuerte Ventil 18 so geregelt, daß der Dichteunterschied zwischen der Phenol- und der Sodaphase im Abscheider 19 der Nachsättigungsstufe, gemessen über den Meßfühler 20 etwa 0,09 g cm⁻³ beträgt. Der Mikroprozessor 17 ist außer mit dem Meßfühler 20 noch mit dem Durchflußmesser 21 der Wassereinspeisung in der Leitung 15 verbunden.

Über die Leitungen 5 und 22 wird frisches Kalkofengas mit einem CO₂-Gehalt von etwa 33 Vol.-% in die Kolonne 6 eingespeist und im Gegenstrom zum Rohphenol aus der Primärsättigung geführt. Die Umsetzung findet bei etwa 50°C statt.

Die CO₂-Menge wird über das von dem Mikroprozessor 23 gesteuerte Ventil 24 so geregelt, daß der Bicarbonatanteil der Sodalauge aus dem Abscheider 25 der Nachreaktionsstufe, gemessen an der Meßstelle 26 der Leitung 27, etwa 0,8 Gew.-% beträgt. Außer mit der Meßstelle 26 ist der Mikroprozessor 23 noch mit der Meßstelle 28 für CO₂-Gehalt des Kalkofengases und der Meßstelle 29 für den Gasdurchfluß verbunden.

Das Abgas der Kolonne 6 enthält noch CO₂ und wird daher über die Leitung 30 in den zur Kolonne 2 führenden Teil der Gasleitung 5 eingespeist.

Über 24 h wurden dem Rohphenol aus der Primärsättigungsstufe 32,1 Gew.-% Wasser zudosiert. In der Nachsättigungsstufe fiel in einer Ausbeute von 62,7 Gew.-%, bezogen auf das Rohphenol, der Primärsättigung ein Rohphenol an, das durch folgende mittlere Analysendaten gekennzeichnet war:

Dichte bei 65 °C	1,035 g cm ⁻³
Phenolat	1,2 Gew.-%
Na ₂ CO ₃	0,9 Gew.-%
Na ₂ SO ₄	0,1 Gew.-%
Na-Benzozat	3,1 Gew.-%
Phenole	68,4 Gew.-%

Das Rohphenol wird über die Leitung 31 aus dem Prozeß ausgeschleust.

Für die davon im Abscheider 19 abgetrennte Sodaphase aus der Nachsättigung ergeben sich folgende mittlere Analysendaten:

Dichte bei 65 °C	1,128 g cm ⁻³
Phenolat	—
Na ₂ CO ₃	6,0 Gew.-%
NaHCO ₃	6,0 Gew.-%
Na ₂ SO ₄	3,3 Gew.-%
Na-Benzozat	2,3 Gew.-%
freie Phenole	0,8 Gew.-%

Da die Salzkonzentration unter 20% liegt, tritt keine Salzausscheidung auf.

Die Sodaphase aus der Nachsättigung wird zusammen mit der Sodaphase der Primärsättigungsstufe über die Leitungen 10 und 32 zur Nachreaktionsstufe in den statischen Mischer 33 gefördert. Das Gemisch gelangt über die Leitung 34 in den Abscheider 25, wo bei 50°C das aus der Reaktion zwischen dem Phenolat der Sodaphase der Primärsättigung und dem Bicarbonat der Sodalauge der Nachreaktion entstandene Rohphenol in einer Menge von 2,0% bezogen auf das Gemisch von der Sodalauge abgetrennt wird.

Das Rohphenol hatte folgende Zusammensetzung:

Phenolat	7,3 Gew.-%
Na ₂ CO ₃	2,0 Gew.-%
Na ₂ SO ₄	0,1 Gew.-%
Na-Benzozat	6,0 Gew.-%
Phenole	63,1 Gew.-%

Die Rohphenolphase wird über die Leitung 35 dem Rohphenol in der Leitung 31 aus der Nachsättigungsstufe zugesetzt und mit diesem ausgeschleust.

Für die Sodalauge werden folgende mittlere Analysendaten bestimmt:

Phenolat	— Gew.-%
Na ₂ CO ₃	14,9 Gew.-%
NaHCO ₃	0,8 Gew.-%
Na ₂ SO ₄	4,4 Gew.-%
Na-Benzozat	2,9 Gew.-%
freie Phenole	2,1 Gew.-%

Der Bicarbonatanteil liegt mit 0,8 Gew.-% innerhalb des gewünschten Bereiches. Die Sodalauge wird aus dem Abscheider 25 über die Leitung 27 aus dem Prozeß ausgeschleust.

- Der Anteil der einzelnen Verfahrensstufen an dem Gesamtumsatz beträgt:

in der Primärsättigung	73,0 Gew.-%
in der Nachsättigung	19,8 Gew.-%
in der Nachreaktion	4,2 Gew.-%

Daraus errechnet sich ein Gesamtumsetzungsgrad von 97,0%.

Das Rohphenol wird anschließend destillativ entwassert, wobei das abgetrennte Wasser zur Verdünnung der rohphenolphase aus der Primärsättigungsstufe verwendet werden kann, und von seinem hochsiedenden, pechartigen Rückstand befreit, bevor es zu technisch reinen Phenolen aufgearbeitet wird.

Die Sodalauge wird zur Alkalirückgewinnung mit Branntkalk versetzt.