



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

235608

(11)

(B1)

/22/ Přihlášeno 23 08 83

/21/ /PV 6129-83/

(51) Int. Cl.³

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

(40) Zveřejněno 17 09 84

(45) Vydáno 15 11 86

(75)

Autor vynálezu

ČIERNIK JÁN ing. CSc., SPOUSTA EDUARD ing. CSc., AMBROS DUŠAN ing. CSc.,
BARTÁŠKOVÁ PAVLA ing., BRNO, ŠTASTNÝ MILAN ing. CSc., TŘEBÍČ,
JELÍNEK MILAN ing. CSc., BRNO

(54) Způsob rafinace 2,6-xylenolu

Vynález se týká chemického čištění 2,6-xylenolu od jiných produktů metylace fenolu s alespoň jednou volnou ortho-polohou reakcí s formaldehydem nebo paraformaldehydem. Přídavek benzenu, toluenu nebo xyleny nebo jejich směsi k reakční směsi před oddestilováním reakčních podílů nebo k destilátu usnadňuje separaci vodní fáze a 2,6-xylenolu. Čistý 2,6-xylenol, popřípadě jeho roztok v aromatických rozpouštědlech, je meziprodukt pro organické syntézy a výrobu polymerů.

Vynález se týká způsobu rafinace 2,6-xylenolu a izolace čistého 2,6-xylenolu ve formě roztoků v aromatických uhlovodících, které jsou použitelné jako meziprodukt organických syntéz nebo pro výrobu polymerů.

Zdrojem 2,6-xylenolu je reakční směs po metylaci fenolu, která obsahuje především metylfenoly /o-, m- a p-krezoly/, di- a trimetylfenoly. 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, respektive frakční krystalizace nebo kombinací těchto postupů. Pro všechny tyto postupy je charakteristické, že jsou značně energeticky náročné, zdoluhavé a vyžadují složitá a nákladná zařízení.

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

Jako nejvhodnější katalyzátory se uvádějí kysličníky kovů /dvou- a vícemocných/, soli alifatických karboxylových kyselin dvou- a vícemocných kovů. Za přítomnosti těchto katalyzátorů přednostně reaguje paraformaldehyd nebo vodný roztok formaldehydu se sloučeninami s alespoň jednou volnou ortho-polohou vzhledem k fenolické OH-skupině, jako jsou nezreagovaný fenol a především produkty metylace, zvláště krezoly.

Při izolaci 2,6-xylenolu se z reakční směsi nejdříve oddestiluje reakční voda nebo přebytek nezreagovaného vodného roztoku formaldehydu a pak 2,6-xylenol.

Nevýhodou tohoto postupu je, že při oddestilování reakční vody /při použití paraformaldehydu/ nebo nezreagovaného vodného roztoku formaldehydu téká při jejich oddestilování v obou případech i 2,6-xylenol. V případě použití paraformaldehydu obsahuje oddestilovaná reakční voda asi 11 % hmotnostních 2,6-xylenolu a u vodného roztoku paraformaldehydu nezreagovaný vodný roztok formaldehydu až 15 % hmotnostních 2,6-xylenolu. Navíc reakční směs, i po oddestilování všech těkavých podílů až do 150 až 160 °C v reakční směsi, obsahuje více než polovinu reakční vody. Její další odstraňování destilací je spojeno s nežádoucími ztrátami 2,6-xylenolu.

Předmětem vynálezu je způsob rafinace 2,6-xylenolu, obsahujícího jako nečistoty produkty metylace fenolu tvořené deriváty fenolu s alespoň jednou volnou orthopolohou k fenolické hydroxylové skupině, jako i nezreagovaný fenol, zahříváním s paraformaldehydem nebo vodným roztokem formaldehydu, popřípadě za přítomnosti katalyzátorů, při kterém se k reakční směsi před oddestilováním těkavých podílů nebo k destilátu přidá benzen, toluen, xylen nebo jejich směs v množství 20 až 200 % hmot. na použitý 2,6-xylenol a vzniklá vodní a organická fáze se separují.

Reakční vodu, respektive nezreagovaný vodný roztok formaldehydu, s podstatně nižším obsahem 2,6-xylenolu, lze odstranit přidáním aromatického uhlovodíku nebo směsi aromatických uhlovodíků k reakční směsi a veškeré těkavé produkty, včetně přidaného aromatického uhlovodíku nebo jejich směsi a rafinovaného 2,6-xylenolu předdestilovat, nebo aromatický uhlovodík nebo jejich směs přidat k vydestilovaným těkavým podílům z reakční směsi.

Dojde k rozdělení fází a spodní, obsahující reakční vodu nebo nezreagovaný vodný roztok formaldehydu se v děliči oddělí. Tím se získá čistý 2,6-xylenol ve formě roztoku v aromatickém uhlovodíku nebo jejich směsi s obsahem vody odpovídající přibližně její rozpustnosti v použitých aromatických uhlovodících.

Z aromatických uhlovodíků jsou nejvhodnější benzen, toluen, xylen nebo jejich směsi. Přítomnost aromatických uhlovodíků ve směsi reakční vody nebo vodného roztoku formaldehydu s 2,6-xylenolem umožňuje snadné oddělení, jak reakční vody, tak i vodného roztoku nezreagovaného formaldehydu od roztoku 2,6-xylenolu v aromatickém uhlovodíku nebo jejich směsi.

Výhodou tohoto postupu je možná příprava roztoků 2,6-xylenolu v aromatických uhlovodících o různých koncentracích.

Další výhodou je, že reakční voda, nebo nezreagovaný vodný roztok formaldehydu obsahuje jen asi 0,5 % hmotnostních 2,6-xylenolu, a tím jeho další zpracování jako odpadu je jednodušší a snadnější.

V neposlední míře, velkou výhodou je zjednodušení výrobního zařízení, spočívající ve způsobu izolace a uskladnění reakční vody, respektive nezreagovaného vodného roztoku formaldehydu s výše uvedeným obsahem 2,6-xylenolu a nutnosti jejího dalšího zpracování odstraněním 2,6-xylenolu.

V případě potřeby se z roztoků aromatických uhlovodíků 2,6-xylenol izoluje destilací.

Vynález osvětluje následující příklady /% v příkladech jsou hmotnostní/.

P ř í k l a d 1

Do sulfonační baňky o objemu 1 500 ml, opatřené míchadlem, teploměrem a zpětným chladičem, se vnese 1 002 g 2,6-xylenolu, obsahujícího 4,63 % nečistot, 263 g 37% vodného roztoku formaldehydu a 10 g stearanu zinečnatého a směs se zahřívá při varu 3 hodiny. Potom se k reakční směsi přidá 900 g toluenu a oddestilují veškeré těkavé podíly /toluen, nezreagovaný vodný roztok formaldehydu a 2,6-xylenol/, oddělí spodní vrstva nezreagovaného vodného formaldehydu a získá se 1 888 g toluenového roztoku 2,6-xylenolu, obsahujícího 900 g 2,6-xylenolu s obsahem 0,2 % nečistot.

P ř í k l a d 2

Postupuje se podle příkladu 1, jen místo toluenu se použije stejné množství benzenu. Získá se stejné množství roztoku 2,6-xylenolu o stejném obsahu nečistot.

P ř í k l a d 3

Postupuje se podle příkladu 1, jen místo toluenu se použije stejné množství xyleny. Získá se stejné množství roztoku 2,6-xylenolu v xyleny o stejném obsahu nečistot.

P ř í k l a d 4

Postupuje se podle příkladu 1, jen stejné množství toluenu se přidá k oddestilovaným těkavým podílům reakční směsi. Získá se stejné množství toluenového roztoku 2,6-xylenolu se stejným obsahem nečistot.

P ř í k l a d 5

Postupuje se podle příkladu 1, jen místo vodného roztoku formaldehydu a stearanu zinečnatého se použije 17 g paraformaldehydu. Získá se stejné množství toluenového roztoku 2,6-xylenolu obsahujícího 900 g 2,6-xylenolu s obsahem 0,6 % nečistot.

P ř í k l a d 6

Postupuje se podle příkladu 1, jen poloviční množství toluenu se nahradí benzenem.

Získá se stejné hmotnostní množství roztoku 2,6-xylenolu ve směsi benzen-toluen se stejným obsahem nečistot.

P ř í k l a d 7

Postupuje se podle příkladu 1, jen místo stearanu zinečnatého se použije stejné množství kysličníku titaničitého a toluenu se použije 200 g. Získá se 1 100 g toluenového roztoku 2,6-xylenolu se stejným obsahem nečistot.

P ř í k l a d 8

Postupuje se podle příkladu 1, jen technického 2,6-xylenolu se použije 250 g, 37% vodného roztoku formaldehydu 66 g, stearanu zinečnatého 2,5 g a místo toluenu 500 g xylenů. Získá se 725 g xylenového roztoku 2,6-xylenolu o stejném obsahu nečistot.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob rafinace 2,6-xylenolu, obsahujícího jako nečistoty produkty metylace fenolu tvořené deriváty fenolu a alespoň jednou volnou ortho-polohou k fenolické hydroxylové skupině, jakož i nezreagovaný fenol, zahříváním s paraformaldehydem nebo vodným roztokem formaldehydu za přítomnosti katalyzátorů, vyznačený tím, že k reakční směsi před oddestilováním těkavých podílů nebo k destilátu se přidá benzen, toluen, xylen nebo jejich směs v množství 20 až 200 % hmot. na použitý 2,6-xylenol a vzniklá vodní a organická fáze se separují.