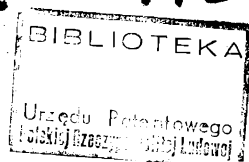


Opublikowano dnia 15 lutego 1955 r.



C 07c

37/34



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 35120

Kl. 12 q, 14/03

Československé chemické závody, národní podnik
(Praga, Czechosłowacja)

Sposób rafinowania fenoli surowych zawierających oleje obojętne

Udzielono patentu z mocą od dnia 6 września 1950 r.
Pierwszeństwo: 15 września 1949 r. (Czechosłowacja)

Przy różnych sposobach otrzymywania fenoli z wszelkiego rodzaju smół, produktów uwodornienia i wylewania, fenole te występują w postaci produktów surowych lub pośrednich, które w rozcieńczonych roztworach zasadowych nie rozpuszczają się przezroczyście, gdyż zawierają pewną ilość olejów obojętnych, które z ługiem fenolanowym tworzą emulsję. Surowe fenole otrzymuje się przeważnie z surowych frakcji olejowych, a mianowicie przez wylugowywanie za pomocą roztworu wodorotlenku sodowego i wytrącenie z ługu fenolanowego za pomocą kwasów.

Aby z tego rodzaju produktu otrzymać fenole, odpowiadające pod względem czystości wszelkim wymaganiom co do jakości, zwłaszcza aby były one rozpuszczalne całkowicie i przezroczyście w roztworach zasadowych, zanieczyszczone fenole trzeba zwykle rozpuścić jeszcze raz w ługu sodowym, a następnie przez otrzymany roztwór przepuścić parę wodną i wreszcie ponownie je wydzielić z ługu fenolanowego za pomocą kwasu. Przez odwadnianie i rozfrakcjonowanie tak oczyszczonych fenoli surowych otrzymuje się wreszcie fenol,

krezoł i ksylenole o wymaganym stopniu czystości.

Ponieważ sposób ten jest bardzo uciążliwy, albowiem wymaga obszernej aparatury i związanych z tym znacznych inwestycji, oddawna więc szukano prostego sposobu rafinowania fenoli surowych w celu otrzymywania fenol rozpuszczalnych przezroczyście w ługu sodowym.

Istnieją również fenole, dające mętne roztwory w ługach i stanowiące produkty pośrednie przy wytwarzaniu fenolu, zwłaszcza w przemyśle przerabiającym smołę przez wylewanie, które nie dają się oczyszczać również na drodze rozpuszczania i osadzania z ługu sodowego.

Do nich należą zwłaszcza fenole surowe otrzymywane z benzyn uzyskanych przez wylewanie, które w ogóle w postaci swych roztworów fenolanowych nie dają się klarować przez przepuszczanie pary wodnej. Do tej kategorii fenoli należą dalej wyciągi z wód otrzymywanych przez wylewanie, zawierające mniejsze lub większe ilości pirokatechiny.

Wymienione na pierwszym miejscu fenole surowe zawierają prawdopodobnie zanieczyszczenia, które są tak mocno związane z ługiem, iż

opierają się wszelkim próbom oddestylowania ich za pomocą pary wodnej. W przypadku przeróbki fenoli surowych zawierających pinokatechynę nie można stosować rozpuszczania i osadzania z ługu również z tego względu, że pirokatechinę można odzyskać z powrotem z tego rodzaju roztworu tylko z wielką trudnością.

We wszystkich tych przypadkach odczuwa się potrzebę znalezienia takiego sposobu rafinowania, według którego byłoby rzeczą możliwą usunięcie olejów obojętnych z fenoli surowych bez potrzeby ponownego przeprowadzania ich w fenolany.

Trudności stosowania wylugowywania przy tego rodzaju sposobach rafinowania polegają na tym, że fenole rozpuszczają się we wszelkim stosunku w zwykle stosowanych rozpuszczalnikach organicznych, np. w benzenie, benzynie, siarczku węgla, chlorobenzenie, alkoholu butylowym, tetralinie lub cykloheksanolu.

Fenole i krezole posiadają, jak wiadomo, wyraźną skłonność łatwego wiązania wody i przechodzenia wskutek tego w wodziany. Zmienia się wtedy znacznie stopień rozpuszczalności fenoli w rozpuszczalnikach organicznych, a mianowicie uwodnione fenole są już daleko mniej rozpuszczalne w benzynie niż niewudnione, natomiast łatwo są rozpuszczalne we wszelkim stosunku w benzolu i w ogóle w węglowodorach aromatycznych.

Zdolność różnych benzyn rozpuszczania fenoli jest jednak nie jednakowa, lecz istnieją bardzo znaczne różnice spowodowane charakterem mieszanin węglowodorów wchodzących w skład benzyny.

Stwierdzono, że rozpuszczalność w benzynach uwodnionych fenoli można zmniejszyć, stosując do wylugowywania benzyny praktycznie wolne od węglowodorów aromatycznych, a poza tym należące możliwie do szeregu czysto alifatycznego. W tego rodzaju benzynach wodziany fenol są rozpuszczalne tylko w ilości około 3%.

Zastosowanie benzyn, jako środka wylugowującego o wyżej wspomnianych właściwościach, umożliwia całkowite usunięcie z fenoli surowych olejów obojętnych, powodujących zmętnienie roztworów zasadowych, dzięki czemu otrzymuje się fenole rozpuszczające się przezroczysto.

Przykład I. Fenol surowy, zawierający 2% olejów obojętnych (węglowodorów), zadaje się 17%-ami wody i wstrząsa starannie. Ta ilość wody odpowiada jednowodzia-

nowi fenolu, przy czym proces ten przebiega łatwo. Ten uwodniony fenol surowy wstrząsa się starannie z pięciokrotną ilością benzyny praktycznie wolnej od węglowodorów aromatycznych i wrzącej w granicach temperatury 50—100°C, w pięciu kolejno po sobie następujących zabiegach pojedynczych, polegających na wstrząsaniu 1 części objętościowej uwodnionej mieszaniny fenoli na 1 część objętościową benzyny i po każdym wstrząsaniu oddziela się wyciąg benzynowy. Wylugowany wodzian fenolu oddziela się następnie przez destylację od benzyny i odwadnia. Odwodniony fenol surowy, uwolniony już od olejów obojętnych, poddaje się wreszcie frakcjonowaniu w sposób zwykły.

Przykład II. Surowy fenol o zawartości około 2,5% olejów obojętnych uwodnia się za pomocą około 17% wody, a następnie przepuszcza się ~~przez~~ kolumnę ekstrakcyjną zawierającą wypełniacz. Uwodniony fenol, doprowadzony do wierzchołka tej kolumny, przepływa przez nią w przeciwnym kierunku do benzyny, doprowadzanej z dołu tejże kolumny. Na spodzie kolumny osadza się fenol wolny od olejów obojętnych i jest stąd odciągany.

Gromadzący się u góry wyciąg benzynowy, spływający na dół, regeneruje się przez destylację, przy czym odzyskaną z powrotem benzynę surową doprowadza się do kolumny ekstrakcyjnej, a z pozostałości o znacznej zawartości olejów obojętnych po oddestylowaniu benzyny wylugowuje się za pomocą ługu oleje kwaśne (fenole) i odzyskane w ten sposób fenole doprowadza się z powrotem do kolumny ekstrakcyjnej.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób rafinowania fenoli surowych, zawierających oleje obojętne, przez ekstrakcję za pomocą rozpuszczalników organicznych, znamienny tym, że fenole surowe uwadnia się za pomocą wody na jednowodziały, a następnie wylugowuje się za pomocą benzyny, zawierającej wyłącznie węglowodory alifatyczne i wrzącej w granicach temperatur 50—100°C, po czym po oddzieleniu wyciągu benzynowego pozostałe fenole odwadnia się i ewentualnie rozfrakcjonowuje.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że wylugowywanie wodzianu fenolu przeprowadza się przez kilkostopniowe kolejne wstrzą-

sanie z benzyną i oddzielanie wyciągu benzynowego.

3. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że wyługowywanie uwodnionych fenoli za pomocą benzyny przeprowadza się w przeciwnym kierunku w kolumnach ekstrakcyjnych, do

których wodzian fenolu doprowadza się z góry, benzynę zaś z dołu.

Československé chemické
závody, národní podnik

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych