



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 43126

Kl. 12 q, 14/03

VEB Leuna-Werke „Walter Ulbricht”

Leuna, Niemiecka Republika Demokratyczna

Sposób usuwania olejów obojętnych z zawierających je ługów fenolanowych

Patent trwa od dnia 31 stycznia 1958 r.

Przy otrzymywaniu fenoli z olejów zawierających fenole takich jak frakcja oleju karbolowego, pochodząca ze smoły węgla kamiennego, frakcje benzyny wyciekowej i wyciekowego oleju średniego, pochodzące z węgla kamiennych i brunatnych, frakcje olejów, otrzymywanych przy wysokim ciśnieniowym uwodornianiu smół i węgla, za pomocą ługów alkalicznych, zwłaszcza ługu sodowego, otrzymuje się ługi fenolanowe, które najczęściej zawierają mniejsze lub większe ilości olejów niefenolowych. Te niefenolowe oleje, zwane olejem obojętnym, muszą być możliwie całkowicie usunięte przed dalszą przeróbką ługów fenolanowych na produkty handlowe takie, jak kwas karbolowy, krezol i ksilenol, ażeby te ostatnie można było otrzymać z ługów fenolanowych w postaci odpowiadającej normom. Na ogół usuwanie oleju obojętnego z ługów fenolanowych przeprowadza się przez gotowanie albo przez obróbkę parą wodną ługów fenolanowych. Proces ten nazywa się parowaniem ługu fenolanowego do klarownej pozostałości. Korzystnie parowanie do klarownej pozostałości przeprowadza się w procesie ciągłym w

ten sposób, że np. ług fenolanowy traktuje się w podwyższonej temperaturze w przeciuprądzie parą wodną w wieży kolumnowej z wypełnieniem. Z powodu hydrolytycznego rozkładu fenolanów alkalicznych uchodzi przy tym oprócz oleju obojętnego, także część fenoli jako destylat z parą wodną. Przy skraplaniu oparów, uchodzących z aparatury do parowania do klarownej pozostałości otrzymuje się więc olej obojętny, zawierający większą lub mniejszą ilość fenoli oraz wodny kondensat, zawierający fenole. Zawarte w tych produktach ilości fenoli zostają stracone przy otrzymywaniu fenoli. Jeżeli chce się uniknąć tych strat, wówczas należy wydzielić fenole, zawarte w tych produktach, w specjalnych urządzeniach do odfenolowywania, co jest kłopotliwe i kosztowne.

Jeżeli parowaniu do klarownej pozostałości poddaje się roztwory fenolanów alkalicznych, w których obecne fenole są całkowicie chemicznie związane z alkaliem, wówczas straty fenoli występujące przy parowaniu do klarownej pozostałości są stosunkowo małe. Jeżeli chodzi jednak o tak zwane przesycone ługi fenolano-

we, wówczas występują znacznie większe straty fenoli. Jako przesycone roztwory fenolanowe rozumie się takie roztwory fenolanów, w których stechiometrycznie ilość obecnych fenoli jest większa, aniżeli ilość obecnych alkaliów. W technice zależy na tym, ażeby przy otrzymywaniu fenoli pracować z przesyconymi ługami fenolowymi, ponieważ można otrzymać przy tym z daną ilością alkaliów więcej fenoli, aniżeli w przypadku nienasyconych albo ściśle nasyconych ługów fenolanowych. Przy przesyceńcu ługów fenolanowych w wysokości 120 — 140%, ilości fenoli, która wydestylowuje razem z olejami obojętnymi z ługu fenolanowego podczas procesu parowania do klarownej pozostałości, wynosi około 10% wszystkich obecnych fenoli. Jeżeli pracuje się z jeszcze bardziej przesyconymi ługami fenolanowymi, wówczas ta ilość procentowa zostaje nawet jeszcze przekroczona. W takich przypadkach proces parowania do klarownej pozostałości jest nieekonomiczny. Z tego powodu proponowano oddzielać olej obojętny z przesyconych ługów fenolanowych nie przez parowanie do klarownej pozostałości, lecz przez ekstrakcję za pomocą selektywnych rozpuszczalników, jak np. lekkiej benzyny parafinowej. Ta propozycja nie nabrała jednak praktycznego znaczenia, ponieważ proces ekstrakcji nie przebiega dostatecznie selektywnie, a odzyskanie selektywnego rozpuszczalnika jest kłopotliwe, drogie i związane ze stratami, tym bardziej, że w ługu fenolowym zostają rozpuszczone znaczne ilości rozpuszczalnika selektywnego.

Stwierdzono, że straty fenolu przy parowaniu do klarownej pozostałości ługów fenolanowych można obniżyć do niewielkiego stopnia, jeżeli opary, uchodzące z kolumny do parowania do klarownej pozostałości, płucze się w drugiej kolumnie płuczącej gorącym ługiem sodowym. Ług sodowy wymywa z oparów fenole i otrzymuje się skropliny, które praktycznie są wolne od fenoli. Ług zawierający małe ilości fenoli, odpływający z dolnego końca drugiej kolumny płuczącej, można stosować kilkakrotnie jako ciecz do wymywania. Poza tym można go stosować zamiast świeżego ługu sodowego do ekstrakcji fenoli z wyjściowych olejów, zawierających fenole.

Stwierdzono poza tym, że zamiast ługu sodowego można stosować także roztwór sody. W tym przypadku w drugiej kolumnie płuczącej pracuje się korzystniej pod zwiększonym ciśnieniem i w temperaturach powyżej 100°C.

Stwierdzono w końcu, że przemywanie opa-

rów uchodzących z procesu parowania do klarownej pozostałości za pomocą ługu sodowego, albo roztworu sody, można także przeprowadzić w samej kolumnie do parowania. Korzystnie przy tym przewiduje się w kolumnie do parowania specjalną strefę do przemywania, co wynika z rysunku. Kolumna do parowania składa się z dwóch części z wypełnieniem, z których górna 1 stanowi strefę przemywania, a dolna 2 strefę parowania do klarowanej pozostałości. Ług sodowy lub roztwór sody wprowadza się głowicą kolumny do parowania za pomocą przewodu 5, podczas gdy ług fenolanowy wtryskuje się przewodem 6 do przestrzeni między obydwoma częściami. Parę wodną, potrzebną do procesu parowania do klarownej pozostałości wdmuchuje się przewodem 7 poniżej dolnej części z wypełnieniem. Ług fenolanowy odparowany do klarownej pozostałości opuszcza kolumnę u dołu. Głowicą kolumny uchodzi przez rurę 3 mieszanina oparów oleju i wody, która skrapla się w chłodnicy 4. Ciekły kondensat zbiera się w umieszczonym pod nią odstoju i rozdziela się przy tym na warstwę górną, oleistą i dolną wodną. Jeżeli jako ciecz płuczącą stosuje się roztwór sody, wtedy szczególnie korzystnie jest pracować w aparaturze w temperaturach poniżej 100°C. i pod zwiększonym ciśnieniem.

Zamiast ługu sodowego lub roztworu sody można również stosować ługi innych metali alkalicznych, jak np. roztwór wodorotlenku potasowego lub roztwór węglanu potasowego.

P r z y k ł a d I. Ług fenolanowy przesycony do 113%, który obok około 20% fenoli zawiera jeszcze 0,58% oleju obojętnego, paruje się do klarownej pozostałości w zwykłej kolumnie do parowania przy użyciu około 25% pary. Zawartość oleju obojętnego w ługu fenolanowym, odparowanym do klarownej pozostałości, wynosi 0,0%. Oleisty kondensat zawiera 55 — 60% fenoli, podczas gdy zawartość fenolu w wodnym kondensacie wynosi 1 — 2%. W sumie ilość fenolu wynosi w obydwu kondensatach około 6 — 7% ilości fenolu, wprowadzonego z ługiem fenolanowym. Jeżeli natomiast opary odchodzące z kolumny do parowania przeprowadzi się do dolnej części drugiej kolumny zraszanej gorącym 10%-owym ługiem sodowym, i jeżeli skrapla się opary uchodzące z drugiej kolumny, wówczas otrzymuje się oleisty kondensat z zawartością fenolu poniżej 10%, podczas gdy wolny kondensat zawiera tylko około 0,2% fenoli.

W sumie kondensaty zawierają tylko około 0,5% fenoli wprowadzonych z ługiem fenolanowym.

Przykład II. Jeżeli w tej samej aparaturze jak w przykładzie I stosuje się ług fenolanowy, który obok 36% fenoli zawiera jeszcze 0,58% oleju obojętnego i jest przesycony do 175%, wówczas otrzymuje się w procesie bez użycia dodatkowej kolumny płuczącej oleisty kondensat o zawartości fenoli 65 – 75%, podczas gdy wodny kondensat zawiera 2,5 – 3% fenoli. Straty fenoli wynoszą 7 – 8%. Po podłączeniu kolumny płuczącej za pomocą ługu sodowego otrzymuje się w przeciwieństwie do tego oleisty kondensat z zawartością tylko 5% fenoli, a zawartość fenoli w wodnym kondensacie wynosi tylko 1%. Straty fenoli wynoszą w tym przypadku 0,15 – 0,3%.

Przykład III. Jeżeli w doświadczeniu z ługiem fenolanowym przesyconym do 175% (przykład II), stosuje się w podłączonej kolumnie płuczącej zamiast ługu sodowego 10%-owy roztwór sody, wówczas otrzymuje się oleiste kondensaty o zawartości fenoli 15 – 30% i wodne kondensaty o zawartości fenoli około 0,3%. Straty fenoli wynoszą 0,6 – 0,9%.

Przykład IV. Parowanie do klarownej pozostałości ługu fenolanowego nasyconego do około 100%, o zawartości oleju obojętnego 0,42%, dało straty fenoli w wysokości równej 6%. Parowanie tego samego ługu do klarownej pozostałości przeprowadzono następnie w aparaturze przedstawionej na rysunku. Do górnej części kolumny wprowadzono 8%-owy ług sodowy w ilości 6% objętościowych (w odniesieniu do ługu fenolanowego). Straty fenoli w oleistym i wodnym kondensacie wynosiły wtedy tylko około 1%.

Przykład V. Zamiast ługu sodowego stosowanego w przykładzie IV zastosowano jako ciecz płuczącą 10%-owy roztwór sody. Straty fenoli wynosiły 3 – 4%.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób usuwania olejów obojętnych z zawierających je ługów fenolanowych przez parowanie do klarownej pozostałości, znamieny tym, że opary uchodzące z procesu parowania do klarownej pozostałości przemienia się roztworem wodorotlenku metalu alkalicznego.
2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że do przemawiania oparów zamiast roztworu wodorotlenku metalu alkalicznego stosuje się roztwór węglanu metalu alkalicznego.
3. Sposób według zastrz. 1, 2, znamieny tym, że przemawianie oparów przeprowadza się pod zwiększonym ciśnieniem i w temperaturze powyżej 100°C.
4. Sposób według zastrz. 1 – 3, znamieny tym, że zużytą ciecz przemawiającą stosuje się do ekstrakcji fenoli z wyjściowych olejów zawierających je.
5. Sposób według zastrz. 1 – 4, znamieny tym, że przemawianie oparów pochodzących z procesu parowania do klarownej pozostałości przeprowadza się w samej kolumnie do parowania do klarownej pozostałości.

VEB LEUNA - WERKE
„Walter Ulbricht“

Zastępca: mgr Józef Kamiński,
rzecznik patentowy

