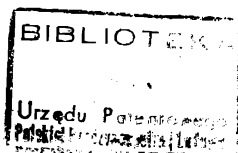


URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

CO7C 37/28

№ 817.

Kl. 12 q 14.

Tadeusz Kuczyński,
Lwów (Polska).

Sposób wydzielania fenoli z oleju karbolowego.

Zgłoszono: 18 grudnia 1922 r.

Udzielono: 17 października 1924 r.

Jest rzeczą znaną, że z olei, otrzymanych przez suchą destylację bituminów i następną ewentualnie redestylację, wydziela się kwaśne składniki w tych olejach zawarte. przy pomocy wodorotlenku sodowego, czasem przy pomocy mieszanin siarczanu sodowego i wodorotlenku wapniowego. Kwaśne te oleje są najczęściej fenolem i pochodniami fenolu.

Niniejszy wynalazek umożliwia przeprowadzenie ekstrakcji takich kwaśnych olei przy zastosowaniu o wiele tańszego środka i dlatego przedstawia znaczne korzyści techniczne, szczególnie wobec wysokiej ceny wodorotlenku sodowego.

Doświadczenia wykazały, że jeżeli oleje takie zmieszać z wodą w temperaturze powyżej temperatury krytycznej rozpuszczalności odnośnych kwaśnych substancyj, za-

wartych w oleju, to wówczas kwaśne te substancje dzielą się dokładnie po połowie między olej i wodę. Przy pomocy kilkakrotnie powtarzanej takiej ekstrakcji można z łatwością dojść do tego punktu, w którym już zawartość kwaśnych substancyj w oleju będzie minimalna, a praktycznie żadna. Przy stosowaniu zasady przeciwprądu można stosunkowo małemi ilościami wody w zupełności wyekstrahować kwaśne składniki olejów. Woda ta, użyta do ekstrakcji, po ostygnięciu wydziela częściowo rozpuszczone w sobie kwaśne składniki oleju. Celem wydobywania tych składników z wody można je zpowrotem z wody wyekstrahować w temperaturze poniżej temperatury krytycznej rozpuszczalności olejem, który posiada bardzo różny punkt wrzenia od tych kwaśnych substancyj, i następnie wydzielić je przez frak-

cjonowaną destylację. O rezultatach zastosowania niniejszej metody mogą dać pojęcie następujące przykłady:

Przykład I.

Tak zwany olej karbolowy, otrzymany jako frakcja z mazi pogazowej względnie oleju średniego, otrzymanego z mazi pogazowej o ciężarze właści. 0,964 przy 15° C a o zawartości 25% fenoli, oznaczonych metodą ekstrakcji ługiem sodowym, ekstrahowano kilkakrotnie małymi ilościami wody w temperaturze powyżej 84° C, która to temperatura jest krytyczną wzajemnej rozpuszczalności fenolu i wody. Po przeróbce jednego litra oleju fenolowego otrzymano 750 cm³ oleju, który zawierał 2,5% kwaśnych składników, i 1250 cm³ wody, która zawierała, przeliczając na pierwotną ilość oleju karbolowego, 23% fenoli i 3,5% zasadowych związków, t. zw. pirydyn. W tym wypadku stosowano pięciokrotną ekstrakcję w temperaturze około 95°. Doświadczenie to powtórzono na małym aparacie ekstrakcyjnym Kubierschky'ego i przy pomocy znacznie mniejszej ilości wody, bo 900 cm³, otrzymano jako rezultat olej, zawierający li tylko 0,5% kwaśnych składników, a woda ekstrakcyjna po ostygnięciu wydzielala obficie olej, który był surowym kwasem karbolowym z całą zawartością pirydyn z oleju pierwotnego.

Przykład II.

Surowy olej karbolowy o ciężarze właści. 0,954 przy 15° C a zawartości fenoli 29% ekstrahowano na jednej kolumnie Ku-

bierschky'ego zapomocą wody. Na pięć litrów oleju karbolowego zużywano 5600 cm³ wody. Następnie otrzymany roztwór wodny po ochłodzeniu do temperatury niżej 0,84° C ekstrahowano na drugiej kolumnie lekką frakcją toluolową, destylującą całkowicie do temperatury 145°. Otrzymano z 250 cm³ toluolu 395 cm³ mieszaniny toluolu i fenoli, z których po oddzieleniu pirydyn znanymi sposobami, otrzymano fenol surowy przez frakcjonowaną destylację. Otrzymano fenolu przedestylowanego 129 cm³. Olej karbolowy pierwotny nie zawierał znaczniejszych ilości kwaśnych składników a także i pirydyn. Ten sam rezultat otrzymało się przy ekstrakcji w temperaturze 150° C pod ciśnieniem około 2,5 atm., jednak ilość zużytej do ekstrakcji wody wynosiła znacznie mniej. Natomiast, jeśli pierwszą ekstrakcję prowadzono w temperaturze nie o wiele wyższej od 84° C, otrzymano jako pierwsze frakcje ekstrakcji kwas karbolowy, który oprócz pirydyn zawierał w głównej swej masie fenol. W ten sposób zauważono pewną możliwość frakcyjnej ekstrakcji surowego oleju karbolowego.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wydzielania fenoli i homologów fenoli z olejów, zawierających te składniki, tem znamienny, że prowadzi się ekstrakcję kwaśnych olejów zapomocą wody w temperaturze przynajmniej wyższej, niż temperatura krytyczna rozpuszczalności tego składnika kwaśnego oleju, który jest najniższym członem szeregu homologów.

Tadeusz Kuczyński.