

URZĄD PATENTOWY w WARSZAWIE OPIS PATENTOWY

Nr 31704

Kl. 12 q, 14/01

MPK 607c

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Frankfurt n. M.

37/36

Sposób odzyskiwania fenoli z ich roztworów wodnych

Zgłoszono 13 października 1938

Udzielono 19 kwietnia 1943

Pierwszeństwo: 14 października 1937 (Niemcy)

Wynalazek niniejszy dotyczy sposobu odzyskiwania fenoli przez wyługowywanie ich roztworów wodnych. Według wynalazku niniejszego, jako środek ługujący, stosuje się takie estry kwasów organicznych, jakich punkt wrzenia leży znacznie niżej, np. o około 20° lub więcej, punktu wrzenia fenoli, przeznaczonych do wyługowania, aby zapewnić łatwe oddzielenie środka ługującego od fenoli. Estrami, odpowiadającymi tym wymaganiom, są np. octan etylu oraz octan butylu. Pierwszy z nich rozpuszcza się nieco w wodzie, jednak jego ilość, pozostającą w roztworze wodnym, można odzyskać przez traktowanie roztworu parą wodną. Natomiast

octan butylu tak słabo rozpuszcza się w wodzie, iż strat można w ogóle nie uwzględniać; w razie potrzeby rozpuszczoną część można również odzyskiwać z powrotem przez adsorpcję za pomocą węgla aktywowanego albo przez wysalanie. Aby jeszcze bardziej zmniejszyć straty estrów, powodowane ich rozpuszczaniem się, można stosować je w mieszaninie z takimi rozpuszczalnikami, jakie są rozpuszczalne w powyższych estrach, lecz nierozpuszczalne w wodzie.

Sposób według wynalazku można stosować do przeróbki najrozmaitszych odcieków zawierających fenol. Jako przykłady można wspomnieć mieszaniny re-

akcyjne, otrzymywane podczas reakcji chlorobenzenu z wodorotlenkiem potasowca albo wapniowca albo podczas stapiania z alkaliarni kwasu benzeno-sulfonowego. Dalej jako materiały wyjściowe można stosować odcieki otrzy-mywane przy suchej destylacji węgla bru-natnego w temperaturze niskiej i pod zmniejszonym ciśnieniem w koksowniach albo w zakładach uwodorniania pod ciś-nieniem. Oczywiście jest rzeczą obojętną, czy wyługowywanie wykonywa się w celu odzyskiwania fenoli, czy też w celu odfenolowywania odcieków. Pod nazwą „fe-nole” rozumie się nie tylko same fenole, lecz także ich produkty podstawienia, np. krezole i ksylenole.

Estry, stosowane zgodnie z wynalaz-kiem, obok wspomnianej na wstępie małej rozpuszczalności w wodzie posiadają ko-rzystną zaletę obniżania napięcia po-wierzchniowego. Dzięki tej zdolności oraz na podstawie ich stosunkowo małego cię-żaru właściwego zapobiegają one pienie-niu się, a tym samym powodują łatwe roz-dzielanie się mieszaniny na warstwy. Wy-szczególnione estry kwasów organicznych wyróżniają się również wybitną zdolnością rozpuszczania fenoli. Pod tym względem należy je postawić wyżej od węglowodo-rów aromatycznych i alifatycznych, a tak-że ich produktów chlorowania, propono-wanych już także jako środki ługujące. Tak więc próby porównawcze, w których 2%-owy wodny roztwór fenolowy, zawie-rający sól, potraktowano raz jeden 10%-ami (licząc w stosunku do ilości ob-jętściowej roztworu fenolowego) róż-nych środków ługujących dały wyniki na-stępujące: benzen wyługował 25 — 30% fenolu, zawartego w roztworze, chloro-benzen zaś — około 50%, podczas gdy w takich samych warunkach przy użyciu octanu etylowego można było wyługować około 94% fenolu.

Dzięki łatwości rozdzielania się na

warstwy przy zastosowaniu sposobu we-dług wynalazku można również proces wyługowywania wykonywać w sposób ciągły. Można to osiągnąć na przykład przez prowadzenie cieczy przeznaczonej do wyługowywania w wysokiej kolumnie w przeciwnym kierunku względem wznoszącego się estru.

Przykład I. 1 litr wody fenolowej, za-wierającej 17,5 części wagowych fenolu, wstrząsa się ze 100 cm³ octanu etylowego i pozostawia w spokoju na czas krótki; octan etylu i woda rozdzielają się bardzo szybko. Octan etylu zawiera wtedy 16,4 części wagowych = 93,5% fenolu. Jeżeli wodę fenolową następnie podda się zabie-gowi wstrząsania ze 100 cm³ świeżego octanu etylu, to podczas tego ponownego traktowania wyługowuje się jeszcze 1,07 części wagowych = 6,1% fenolu, podczas gdy woda zawiera jeszcze 0,03 części wa-gowych fenolu w litrze. Całkowita wydaj-ność po dwukrotnym już wstrząsaniu wy-nosi zatem 99,6%. Przez zastosowanie ko-lumny udaje się fenol usunąć z wody feno-lowej całkowicie. Octan etylu, pozostały w roztworze wodnym, można odzyskać ilościowo przez wprowadzanie do tego roztworu wodnego pary wodnej.

Przykład II. Jeżeli w takich samych warunkach, zamiast octanu etylowego, jak w przykładzie I, zastosuje się octan bu-tylu, to po dwukrotnym wytrząsaniu otrzymuje się wydajność całkowitą 99%, w wodzie pozostaje 0,17 części wagowych fenolu w litrze. Również i w tym przypad-ku przez zastosowanie kolumny fenol da-je się usunąć całkowicie.

W tym przypadku odzyskiwanie estru jest ułatwione dzięki temu, że w roztwo-rze pozostaje zaledwie 0,5 części wago-wych estru butylowego na litr; tę drobną ilość można z łatwością usunąć z odfenolowanej wody przez krótkotrwałą desty-lację w próżni.

Przykład III. 1 litr wody fenolowej z 18

częściami wagowymi fenolu wstrząsa się trzykrotnie, biorąc każdorazowo po 100 cm³ mieszaniny równych części octanu butylowego i benzenu. Wyciąg, otrzymany po pierwszym wstrząsaniu, zawierał 81% fenolu pierwotnie rozpuszczonego w wodzie. Po drugim wyługowywaniu otrzymano jeszcze 12,5% fenolu pierwotnie rozpuszczonego w wodzie. Za trzecim razem wyługowano 5,7% fenolu pierwotnie rozpuszczonego w wodzie. Razem więc wyługowano 99,2% fenolu; odciekająca woda wykazywała jeszcze zawartość fenolu, wynoszącą 0,15 części wagowych fenolu w litrze.

Ten sposób postępowania ma tę zaletę, że w odfenolowanej wodzie pozostają za ledwie ślady użytych rozpuszczalników.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób odzyskiwania fenoli z ich roztworów wodnych przez wyługowywanie, znamienny tym, że do ługowania fenoli stosuje się takie estry kwasów organicznych, jakich punkt wrzenia leży znacznie niżej punktu wrzenia fenoli, przeznaczonych do wyługowania.

2. Odmiana sposobu według zastrz. 1, znamienna tym, że dodatkowo stosuje się takie rozpuszczalniki, jakie są rozpuszczalne w estrach, a nierozpuszczalne w wodzie.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft

Zastępca: M. Skrzypkowski
rzecznik patentowy