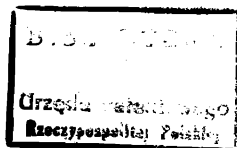


Opublikowano dnia 25 maja 1954 r.

C09c 43/22



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 36216

Kl. 12 q, 9

Zbigniew Jedliński

(Gdańsk, Polska)

Sposób otrzymywania fenoli

Udzielono patentu z mocą od dnia 24 października 1952 r.

Wynalazek dotyczy sposobu otrzymywania fenoli, a mianowicie gwajakolu i 2-oksy-1,3-dwumetoksybenzenu obok waniliny z ługów posulfitowych.

Znane sposoby przerobu ługów posulfitowych mające na celu wytwarzanie waniliny polegają na utlenianiu i hydrolizie ługów posulfitowych w środowisku zasadowym w obecności utleniaczy, np. nitrobenzenu lub innych katalizatorów metalicznych. Po wydzieleniu waniliny pozostaje odpadkowy roztwór macierzysty, z którego sposobem według wynalazku otrzymuje się pochodne fenolu, a mianowicie gwajakol, 2-oksy-1,3-dwumetoksybenzen i inne pochodne. Jest rzeczą korzystną utlenianie ługów posulfitowych przeprowadzać w sposób następujący.

Utlenu poddaje się ługi posulfitowe pofermentacyjne, odwapnione. Odwapnienie uzyskuje się według znanych metod polegających na przeprowadzeniu rozpuszczalnych związków wapnia zawartych w ługach w sole trudnorozpuszczalne działaniem Na_2SO_4 , Na_2CO_3 i następnie odsączenie lub odwirowanie osadu. Ługi odwapnione

alkalizuje się technicznym wodorotlenkiem sodowym w ilości 45 — 85 kg/100 kg kwasów ligninosulfonowych zawartych w ługach. Utlenuanie prowadzi się w obecności katalizatorów w autoklawie zaopatrzonym w mieszadło w temperaturze 145 — 175 °C w ciągu 1 — 2 godzin lub pod normalnym ciśnieniem w reaktorze zaopatrzonym w chłodnicę zwrotną w temperaturze 105 — 115 °C w ciągu 4,5 — 8 godzin. Katalizatory metaliczne stosowane są bądź w postaci wkładki w naczyniu reakcyjnym, bądź też w postaci tlenków metalicznych miedzi, kobaltu, manganu, żelaza lub niklu dodawanych do zalkalizowanych ługów posulfitowych w ilości 0,2 — 2 kg/1 m³ ługu.

Po skończonym utlenianiu mieszaninę reakcyjną lekko zakwasza się kwasem siarkowym, nadmiar kwsu zobojętnia do wartości pH = 7 za pomocą kwaśnego węglanu sodu i mieszaninę ługuje benzenem. Z wyciągu benzenowego wanilinę wydziela się w znany sposób jako połączenie addycyjne z kwaśnym siarczanem sodu, produkt addycji rozkłada kwasem siarkowym i wolną wanilinę oczyszcza przez krystalizację

lub destylację. Wydajność około 2,5—3 kg z 1 m³ ługów posulfitowych.

Po wydzieleniu waniliny z wyciągu benzenowego pozostają w nim fenole, w skład których wchodzi głównie gwajakol, 2-oksy-1,3-dwumetoksybenzen i ich pochodne. Z tego ługu macierzystego wydziela się fenole w kolumnie adsorpcyjnej wypełnionej, np. aktywowanym tlenkiem glinu. Wymywanie zaadsorbowanych w kolumnie fenoli przeprowadza się benzenem i acetonem, przy czym uzyskuje się rozdzielanie fenoli na poszczególne składniki przez oddestylowanie rozpuszczalników z poszczególnych frakcji. Wydajność związków fenolowych wynosi około 5—7 kg z 1 m³ ługów posulfitowych.

Pozostałe po wydzieleniu waniliny i fenoli ługi poddaje się w sposób znany dializie w celu od-

zyskania użytych alkali, które mogą być ponownie zastosowane do alkalizowania następnych partii ługów posulfitowych.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania fenoli, znamienny tym, że ługi odpadowe otrzymywane po wydzieleniu waniliny wytwarzanej znanymi sposobami przez utlenianie ługów posulfitowych, przepuszcza się przez kolumny adsorpcyjne wypełnione, np. tlenkiem klinu, po czym zaadsorbowane fenole wymywa się rozpuszczalnikiem organicznym, np. benzenem lub acetonem, a z otrzymanego wyciągu oddestylowuje rozpuszczalnik.

Zbigniew Jedliński

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych