

Warszawa, dnia 30 maja 1952 r.



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 34831

Kl. 12 q, 14/02

Krebs & Co
(Zurych, Szwajcaria)

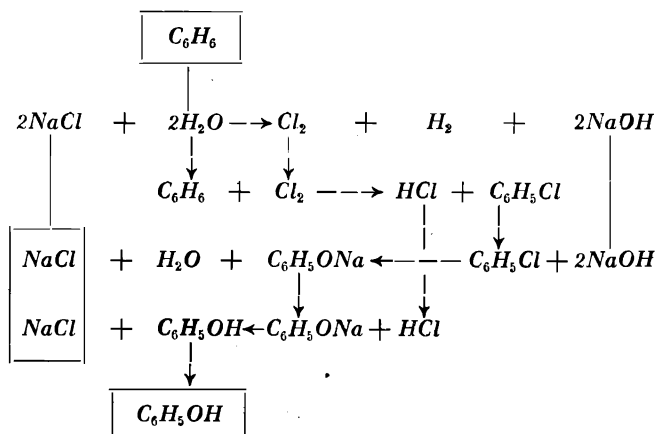
Sposób regeneracji solanki z syntezy fenolu

Udzielono z mocą od dnia 7 marca 1949 r.

Pierwszeństwo: 19 marca 1948 r. (Francja)

Znane jest otrzymywanie fenolu przez chlorowanie benzenu oraz zmydlanie otrzymanego jednochlorobenzenu ługiem sodowym w wysokiej temperaturze pod ciśnieniem. Przy tym spo-

sobie wraz z elektrolizą chlorku sodowego powstaje zespół procesów technologicznych według następującego schematu:



Schemat ten przedstawia cykl przemian chemicznych, do którego jako jedyny surowiec doprowadza się benzen, jako zaś jedyny produkt odbiera się fenol.

Realizacja tego uproszczonego schematu jest znana, związana jest ona jednak z licznymi trudnościami, dotyczącymi głównie regeneracji elektrolitu. Przy elektrolizie według znanych sposobów z katodą rtęciową stosuje się jako elektrolit roztwór chlorku sodowego o stężeniu około 300 — 310 gramów na 1 litr. Podczas elektrolizy roztwór ten ulega zubożeniu i w celu uzyskania uprzedniego stężenia należy go wzbogacić przy pomocy stałej soli. Elektrolit zawiera jednak zawsze ślady chloru i dlatego działa na tworzywo aparatury. Przeróbka tej cieczy wymaga z tego powodu stosowania specjalnych środków. Jako jeden z takich środków do usuwania śladów chloru z solanki proponowano stosować węgiel aktywny.

W myśl powyższego schematu w celu zachowania biegu pracy należy solankę dosycać solą, pochodzącą z procesu syntezy fenolu, a stanowiącą produkt uboczny dwóch reakcji, mianowicie zmydlenia chlorobenzenu i rozkładania fenolanu kwasem solnym. W wyniku obu tych reakcji otrzymuje się sól nie w postaci stałej, lecz w postaci mniej lub więcej rozcieńczonej solanki, którą należy odparować do sucha lub do wydzielenia kryształów. Solanka ta zawiera jednak pewne ilości substancji organicznych, od których należy ją uwolnić, aby otrzymać czystą sól, ponieważ do pracy musi być stosowany elektrolit o dużej czystości. Solanka zawiera głównie fenol, który nie tylko należy z niej usunąć, ale także i odzyskać. Odfenolowanie solanki i odzyskiwanie fenolu wykonywa się w znany sposób przez ekstrakcję organicznymi rozpuszczalnikami, np. benzenem, chlorobenzenem, octanem butylu lub eterem dwuoksypropylowym. W literaturze fachowej znajdują się także wzmianki o możliwości odfenolowywania działaniem pary wodnej, przy którym to sposobie zachodzi jednak rozcieńczenie roztworu.

Wynalazek dotyczy sposobu regeneracji solanki i polega na uproszczeniu wykonania procesu kołowego według powyżej podanego schematu i umożliwieniu prowadzenia go ekonomiczniej. Dzięki wynalazkowi stało się rzeczą zbędną wydzielanie stałej soli, które dotychczas musiało być dokonywane w jednym punkcie cyklu w celu dosycania solanki w innym punkcie tego cyklu.

Sposób według wynalazku polega na tym, że obie solanki, to jest elektrolit rozcieńczony w procesie elektrolizy i solankę pochodzącą z syntezy fenolu odparowuje się wspólnie. W myśl wynalazku praca przebiega w sposób następujący: Rozcieńczony elektrolit uwalnia się za pomocą węgla aktywowanego od śladów chloru, solankę zaś, zawierającą fenol, a pochodzącą z syntezy fenolu, uwalnia się od fenolu przez odpędzenie z niej pewnej ilości pary wodnej, po czym tak przygotowane solanki miesza się ze sobą i gotuje w odparowywaczu aż do stężenia wymaganego do celów elektrolizy, najkorzystniej pod zmniejszonym ciśnieniem w tak zwanym odparowywaczu próżniowym, następnie zaś solankę o odpowiedniej temperaturze doprowadza się do elektrolizy.

Zastosowanie tego sposobu, stanowiącego przedmiot wynalazku, stanowi postęp techniczny dzięki uniknięciu konieczności manipulowania ze stałą solą oraz znacznemu uproszczeniu urządzenia stosowanego dotychczas do tego celu. Obecnie stały się mianowicie zbędne wirówki, przenośniki, mieszadła i inne części składowe dotychczasowych urządzeń. Ponadto odpędzenie pewnej ilości wody przy zagęszczaniu solanki do stężenia około 300 — 310 gramów na 1 litr wymaga mniejszej ilości ciepła i może być dokonane w niższej temperaturze, aniżeli odpędzenie tej samej ilości wody przy całkowitym odparowaniu mniejszej ilości solanki.

Sposób według wynalazku może być przeprowadzany jeszcze bardziej ekonomicznie, jeżeli zamiast uwalniania solanki od fenolu za pomocą pary wodnej, solankę tę przegrzewa się ciepłem z rektyfikacji fenolu, a następnie rozpręża ją w kolumnie destylacyjnej. Okazało się bowiem zupełnie niespodziewanie, że wówczas odparowanie małej ilości wody wystarcza do uwolnienia solanki od fenolu. Otrzymuje się przy tym destylat zawierający około 11% fenolu, którego dalsze odzyskiwanie nie natrafia na trudności. Powyżej wspomniana rektyfikacja fenolu ma na celu otrzymanie czystego fenolu z surowego produktu syntezy. Przy tej rektyfikacji skrapla się pary fenolu w znany sposób w skraplaczu chłodzonym wodą. Przez zastosowanie solanki, zamiast wody można odebrać ciepło skroplenia fenolu przy równoczesnym przegrzaniu solanki. Można jednak również zastosować ciecz pośrednią, która odbiera ciepło skraplania par fenolu w skraplaczu, a oddaje to ciepło w odpowiednim wymienniku ciepła.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób regeneracji solanki z syntezy fenolu przez odpędzenie wody, znamieny tym, że solankę, pochodzącą z urządzenia do syntezy fenolu, odparowuje się wspólnie z solanką, pochodzącą z obiegu połączonej z tym urządzeniem elektrolizy chlorku sodowego.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że solankę zawierającą fenol uwalnia się przed wspólnym jej odparowaniem.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamieny tym, że do odfenolowania solanki stosuje się ciepło z rektyfikacji fenolu.

Krebs & Co

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych