

POLSKA  
RZECZPOSPOLITA  
LUDOWA



URZĄD  
PATENTOWY  
PRL

# OPIS PATENTOWY

# 66331

Patent dodatkowy  
do patentu \_\_\_\_\_

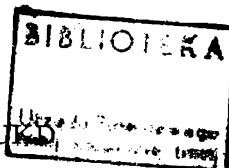
Zgłoszono: 20.I.1969 (P 131 286)

Pierwszeństwo: \_\_\_\_\_

Opublikowano: 30.XI.1972

Kl. 12a,5

MKP B01d 3/36



Twórca wynalazku: Andrzej Mączyński

Właściciel patentu: Polska Akademia Nauk (Instytut Chemii Fizycznej),  
Warszawa (Polska)

## Sposób oczyszczania fenoli, zwłaszcza ksylenoli

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób oczyszczania fenoli, zwłaszcza ksylenoli od zanieczyszczeń o charakterze zasadowym przez destylację zeotropową w obecności kwasów mineralnych.

Do oczyszczania fenoli stosuje się najczęściej klasyczne metody destylacji, ekstrakcji i krystalizacji, przy czym najszersze zastosowanie znajduje proces destylacji. Znanych jest wiele odmian tego procesu, jak na przykład procesy prowadzone w obecności rozpuszczalników, które mogą ułatwić a czasem wręcz umożliwić prowadzenie procesu, szczególnie wtedy gdy składniki rozdzielane tworzą mieszaninę azeotropową. W tej grupie znane są procesy destylacji ekstrakcyjnej, destylacji azeotropowej oraz destylacji zeotropowej, którą prowadzi się w obecności lotnych rozpuszczalników. Ten ostatni proces realizuje się w ten sposób, że dla utrzymania odpowiedniego stężenia rozpuszczalnika doprowadza się go w sposób ciągły w toku procesu do układu destylacyjnego.

Znane jest prowadzenie destylacji w obecności elektrolitów, które mogą bardzo silnie wpływać na efekt destylacji szczególnie wtedy, gdy rozdzielane substancje różnią się swoim charakterem chemicznym. Jako elektrolity można stosować na przykład wodorotlenki ziem alkalicznych, sole nieorganiczne oraz kwasy organiczne i mineralne. W szczególności kwasy mineralne jak na przykład kwas siarkowy mogą bardzo silnie oddziaływać

2

na stan równowagi ciecz — para składników rozdzielanych.

Jednakże stosowanie kwasów mineralnych w procesie destylacji było dotąd bardzo ograniczone. Z jednej strony, zwłaszcza w wyższych temperaturach, kwasy mineralne mogą reagować chemicznie z substancjami organicznymi; na przykład z kwasem siarkowym mogą zachodzić reakcje utleniania lub sulfonowania. Z drugiej strony, substancje organiczne mogą w toku destylacji odwadniać azeotropowo kwasy mineralne prowadząc do ich rozkładu lub zmniejszenia ich oddziaływania, jeżeli oddziaływanie to jest zależne od dysocjacji elektrolitycznej w wodzie.

Celem wynalazku było znalezienie takiego sposobu prowadzenia destylacji w obecności kwasów mineralnych, który znacznie rozszerza zakres stosowania tego typu procesów, tzn. z jednej strony nie powoduje reakcji ubocznych, z drugiej zaś zapewnia efektywny rozdział składników.

Sposób według wynalazku, polega na tym, że do układu destylacyjnego zawierającego nielotny kwas mineralny doprowadza się wodę, utrzymując jej stałe stężenie, przy którym temperatura procesu jest niższa od tej, w której mogą zachodzić szkodliwe reakcje chemiczne takie jak sulfonowanie, rozkład, nitrowanie, a jednocześnie gwarantującej efektywny przebieg procesu rozdzielania przy minimalnym obiegu wody w procesie. Dla utrzymania tego stężenia, wodę tę doprowadza się w

sposób ciągły do układu destylacyjnego tak jak w procesie destylacji zeotropowej praktycznie w takiej ilości, która kompensuje ubywanie tej wody wraz z destylatem.

W zależności od stężenia wody, można utrzymywać odpowiednią temperaturę procesu, na tyle niską aby nie zachodziły szkodliwe reakcje chemiczne i na tyle wysoką, aby przy dostatecznym stężeniu kwasu uzyskiwać dostateczny efekt destylacji. Stałe stężenie wody może zapobiegać ponadto ewentualnemu rozkładowi stosowanych kwasów mineralnych. Wspomnianą temperaturę i pośrednie stężenie wody wyznacza się doświadczalnie dla każdego układu poddawanego destylacji.

Sposobem według wynalazku można na przykład oczyszczać ksylenele pochodzenia koksochemicznego od zanieczyszczeń o charakterze zasadowym, korzystnie w obecności kwasu siarkowego. Kwas siarkowy silnie zmniejsza lotność tych zanieczyszczeń i ksylenele można oddestylować w wysokim stopniu czystości. Jednakże ksylenele odwadniają azeotropowo kwas siarkowy, przez co zwiększa się temperatura destylacji i zachodzi reakcja sulfonowania. Stałe stężenie wody zapobiega tej reakcji. Wynalazek umożliwił zatem praktycznie oczyszczanie ksylenele przez destylację w obecności kwasu siarkowego.

Przykład. W kotle destylacyjnym umieszcza się 50 części objętościowych ksylenele zawierają-

cych 2% zanieczyszczeń złożonych z zasad pirydynowych, 1 część objętościową stężonego kwasu siarkowego oraz taką ilość wody aby temperatura wrzenia mieszaniny zawierała się w granicach 140—150°C. W toku destylacji odbiera się 90 części objętościowych destylatu zawierającego około 50% objętościowych wody i 50% ksylenele o zawartości zanieczyszczeń 0,03%. Po oddzieleniu wody z destylatu zawraca się ją ponownie do kotła kolumny w ciągłym obiegu kołowym tak, aby początkowa temperatura wrzenia mieszaniny była utrzymywana na tym samym poziomie przez cały czas procesu.

#### Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób oczyszczania fenoli, zwłaszcza ksylenele od zanieczyszczeń o charakterze zasadowym przez destylację zeotropową w obecności wody i kwasów mineralnych, **znamienny tym**, że do układu destylacyjnego doprowadza się wodę, utrzymując jej stałe stężenie, przy którym temperatura procesu jest niższa od tej, w której mogą zachodzić szkodliwe reakcje chemiczne takie jak sulfonowanie, rozkład, nitrowanie, a jednocześnie wysokiej na tyle, ażeby gwarantowała ona efektywny przebieg procesu rozdzielania przy minimalnym obiegu wody w procesie.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako kwas mineralny stosuje się kwas siarkowy.