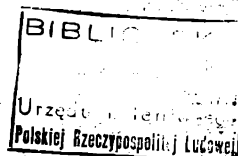


CO 7c 4102



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 45261

Kl. 12 o, 1/04

Instytut Tele- i Radiotechniczny *)

Warszawa, Polska

Sposób otrzymywania czystego p-terfenylu z pozostałości po destylacji dwufenylu

Patent trwa od dnia 23 czerwca 1959 r.

Wynalazek dotyczy sposobu otrzymywania czystego p-terfenylu z pozostałości po destylacji dwufenylu.

Znane są dwie grupy sposobów otrzymywania czystego p-terfenylu. Pierwsza grupa obejmuje sposoby otrzymywania czystego p-terfenylu na drodze syntezy chemicznej, której przykładem może być znany sposób otrzymywania p-terfenylu drogą odwodorniania dwucykloheksylobenzenu selenem. Druga grupa obejmuje sposoby polegające na wydzielaniu p-terfenylu z pozostałości po destylacji dwufenylu, która jest mieszaniną polifenili częściowo spiroлизованą, zawierającą też dużą ilość związków smołowych.

W dotychczasowych sposobach związki smołowe usuwano przez rozpuszczenie pozostałości

po destylacji dwufenylu na gorąco w rozpuszczalnikach aromatycznych, a następnie przez krystalizowanie na zimno. Otrzymaną masę krystaliczną poddawano następnie frakcjonowanej krystalizacji z rozpuszczalników takich jak benzen, alkohol lub solwent nafta. Sposoby te wykazywały szereg niedogodności, a mianowicie wymagały wielokrotnych krystalizacji i dużych ilości rozpuszczalników, ponadto czystość produktu nie była dostatecznie wysoka.

Wynalazek usuwa wspomniane wady. Postępowanie jest prostsze i w wyniku otrzymuje się produkt o znacznej czystości. W tym celu prowadzi się wstępne wzbogacanie w p-terfenyl przez jedno- lub dwukrotne przekrystalizowanie pozostałości po destylacji dwufenylu z mieszaniny technicznych krezoli i przemycie gorącą wodą. Następnie destyluje się mieszaninę wzbogaconą w p-terfenyl w temperaturze 220°C—280°C z przegrzaną parą tetraliny.

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest dr Władysław Riedl.

Ochłodzony destylat odsącza się lub odwirowuje, po czym przemywa się krystaliczny osad benzyną, przekrystalizowuje go w benzenie i osusza. Otrzymany p-terfenyl wykazuje tak dużą czystość, że nadaje się do produkcji scyntylatorów.

Przykład. 300 g pozostałości po destylacji dwufenylu rozpuszcza się w temperaturze 180°C w dwóch kilogramach technicznej mieszaniny krezoli, studzi do temperatury 25°C i sączy, lub odwirowuje. Otrzymany osad rozpuszcza się w temperaturze 160°C w dwóch kilogramach krezoli, studzi się do temperatury 25°C i ponownie sączy lub odwirowuje i przemywa gorącą wodą. Otrzymany osad krystaliczny destyluje się w temperaturze 200°C z przegrzaną parą tetraliny. Po ostudzeniu destylatu ponownie sączy się lub odwirowuje

ciecz, przemywa benzyną, a następnie suszy. W celu dalszego oczyszczenia p-terfenylu przekrystalizowuje się go z benzenem. Wydajność wynosi 25—30% p-terfenylu zawartego w surowcu.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania czystego p-terfenylu z pozostałości po destylacji dwufenylu, znamieny tym, że po wstępnym wzbogaceniu p-terfenylu, przez jedno- lub dwukrotne przekrystalizowanie tej pozostałości z mieszaniny technicznych krezoli, destyluje się go z przegrzaną parą tetraliny w temperaturze 220—280°C i po odwirowaniu, oraz przemyciu gorącą wodą przekrystalizowuje się w rozpuszczalnikach takich jak benzen.

Instytut Tele- i Radiotechniczny

