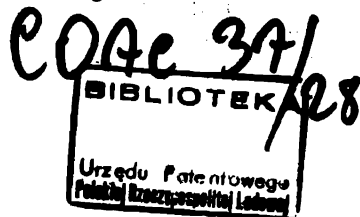


2

Opublikowano dnia 10 grudnia 1958 r.



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 41686

Kl. 12 q, 14/03

VEB Leuna-Werke „Walter Ulbricht“

Leuna, Niemiecka Republika Demokratyczna

Sposób rafinowania produktów fenolowych

Patent trwa od dnia 29 lipca 1957 r.

Handlowe produkty fenolowe, jak kwas karbolowy, krezole i ksylenole posiadają przeważnie nieprzyjemny ostry zapach i często również znaczną zawartość siarki. To dotyczy szczególnie tych produktów, które otrzymuje się ze smoły pochodzącej z wytłewania węgla brunatnego, z produktów rozkładowego ciśnieniowego uwodorniania węgla brunatnego, jak również z wód fenolowych, które stanowią odpad w procesie uszlachetniania węgla kamiennego. Ten nieprzyjemny zapach często szczególnie utrudnia dalszą przeróbkę.

Zawartość siarki jest niepożądana a nawet szkodliwa, jeśli produkty fenolowe mają być poddane katalitycznemu uwodornianiu pierścienia, ponieważ siarka powoduje szybkie zatrucie katalizatorów. Obok tych nieprzyjemnie pachnących i zawierających siarkę substancji w produktach fenolowych zawarte są inne niepożądane zanieczyszczenia, których budowa nie jest dokładnie znana.

Czyniono wiele prób w kierunku usuwania wymienionych zanieczyszczeń przez rafinowanie reagentami chemicznymi. Proponowano produkty fenolowe mieszać z silnie działający-

mi reagentami na przykład z kwasami mineralnymi a następnie destylować. Osiągnięty w ten sposób efekt był jednak niezadawalający, a konieczna do tego aparatura była silnie korodowana. Następnie proponowano, aby produkty, które mają być oczyszczone, przeprowadzać w fenolany i te dopiero traktować środkami chemicznymi, które mogą być o charakterze redukującym lub utleniającym. Próbowano również roztwór fenolanów traktować substancjami działającymi adsorpcyjnie jak na przykład węglem aktywnym lub szlamem z tlenków żelaza. Po takiej obróbce fenol wydzielano z fenolanów przez zakwaszenie. Takie sposoby są połączone z trudnościami, podczas gdy efekt oczyszczania jest mały.

Wszystkie dotychczas znane sposoby posiadają poza tym tę wadę, że zużywa się w nich nieznaczne ilości chemikaliów albo innych substancji pomocniczych i że na skutek reakcji ubocznych, którym ulegają fenole podlegające oczyszczaniu, następują straty surowcowe.

Stwierdzono, że można osiągnąć szczególnie dobry efekt rafinacji w sposób prosty i rentowny jeśli produkty fenolowe przeznaczone do

refinacji obrabia się pod ciśnieniem i w podwyższonej temperaturze roztworem węglanu metalu alkalicznego, zgodnie z opisem patentowym nr 40191. Sposobu według wspomnianego opisu w myśl niniejszego wynalazku nie stosuje się do właściwego celu, a mianowicie do otrzymywania fenoli z olejów zawierających je, lecz do oczyszczania już wyodrębnionych fenoli lub mieszanin fenoli.

Zalety tego sposobu rafinacji polegają na tym, że z jednej strony następuje znacznie mniejsze zużycie chemikalii i materiałów pomocniczych ponieważ używa się tu jedynie roztworu węglanów metali alkalicznych, które w procesie same się regenerują, z drugiej zaś strony nie występują straty substancji, ponieważ roztwór węglanu metalu alkalicznego nie zmienia chemicznie fenolu.

Sposób ten ma znaczenie przeważnie przy rafinacji takich produktów fenolowych, które zostały wytworzone z produktów uszlachetniania węgla brunatnego, jednak wynalazek nie ogranicza się jedynie do tego przypadku i może być zastosowany również do rafinacji fenoli ze smoły z węgla kamiennego, fenoli, które powstają jako produkty odpadkowe przy rafinacji ropy naftowej, jak również fenoli otrzymywanych syntetycznie.

Przykład I. Czysty fenol otrzymany ze smoły wylewnej z węgla kamiennego obrabia się w aparaturze, opisanej w opisie patentowym nr 40191, pod ciśnieniem, w podwyższonej temperaturze roztworem węglanu metalu alkalicznego

Z ługu fenolanowego podciągniętego ze spodu kolumny, za pomocą karbonizacji dwutlenkiem węgla, wydzielającym się samorzutnie w

powyższym procesie, otrzymuje się kwas karbolowy zawierający wodę, z którego przez destylację można otrzymać przyjemnie pachnący czysty kwas karbolowy o zawartości siarki 0,0036%, który daje się łatwo uwodornić, w obecności katalizatora niklowego, do cykloheksanolu. Kwas karbolowy użyty do tego procesu zawierał 0,015% siarki i posiadał nieprzyjemny ostry smołowy zapach, a przy bezpośrednim uwodornianiu go w obecności katalizatora niklowego następowało szybkie zatrucie katalizatora.

Przykład II. Frakcja krazolowa o ostrym smołowym zapachu, otrzymana z produktów uszlachetniania węgla brunatnego, zawierająca 0,053% siarki, po obróbce roztworem węglanu metalu alkalicznego pod ciśnieniem i w podwyższonej temperaturze, zgodnie z opisem patentowym nr 40191 daje znacznie przyjemniej pachnący krezol, zawierający zaledwie 0,017% siarki. Z tak przerafinowanego krezolu można wytwarzać z dużą wydajnością wysokowartościowy fosforan trójkrezylowy, podczas gdy pierwotny produkt prawie nie nadawał się do tego celu.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób rafinowania produktów fenolowych, takich jak kwas karbolowy, krezole i ksylenele, znamienny tym, że produkty te obrabia się pod ciśnieniem w podwyższonej temperaturze roztworem węglanu metalu alkalicznego, metodą według opisu patentowego nr 40191.

VEB Leuna - Werke
„Walter Ulbricht”

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych