

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

77944

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu _____

Kl. 12q, 14/02

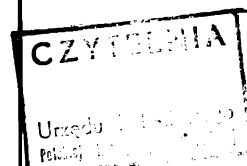
Zgłoszono: 05.05.1973 (P. 162372)

Pierwszeństwo: _____

MKP C07c 37/00

Zgłoszenie ogłoszono: 02.05.1974

Opis patentowy opublikowano: 28.04.1975



Twórcy wynalazku: Kazimierz Kozłowski, Zygmunt Paliwoda

Uprawniony z patentu tymczasowego: Akademia Techniczno-Rolnicza im. Jana i Jędrzeja
Śniadeckich, Bydgoszcz (Polska)

Sposób otrzymywania fenolu i benzenu z dwufenylosulfonu

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania fenolu i benzenu z dwufenylosulfonu. Dwufenylosulfon jest odpadkowym ubocznym produktem, który powstaje w reakcji sulfonowania benzenu lub w procesie otrzymywania benzenosulfochloru.

Stan techniki. Znane są metody otrzymywania fenolu i benzenu na drodze alkalicznego stapiania dwufenylosulfonu. Wiadomo również, iż utleniające środowisko i wysoka temperatura podczas alkalicznego stapiania sprzyja rozpadowi dwufenylosulfonu. Jednakże te reakcje przebiegają z niezbyt wysoką wydajnością. Celem wynalazku jest usunięcie znanych wad przez opracowanie nowego sposobu otrzymywania fenolu i benzenu z dwufenylosulfonu.

Istota rozwiązania. Istota wynalazku polega na tym, że dwufenylosulfon stapia się z ługiem sodowym w obecności tlenku miedziowego w temperaturze 300–330°C, po czym z oddzielonego roztworu fenolanu wydobywa się fenol przez zakwaszenie, zaś benzen odzyskuje się w postaci par z reaktora podczas stapiania, które są skraplane w chłodnicy chłodzonej płaszczem wodnym. W wyniku stapiania tworzy się fenol i benzen z 95% wydajnością w odniesieniu do teoretycznej.

Zaletą techniczną wynalazku jest prosty sposób wykonania stapiania. Całkowity proces otrzymywania fenolu i benzenu z dwufenylosulfonu ma przykładowo przebieg następujący:

Przykład I. Do reaktora miedzianego lub pokrytego wewnątrz miedzią o pojemności 1,1 litra zaopatrzonego w mieszadło mechaniczne z uszczelnieniem dławikowym, kieszeń termometryczną, kurek spustowy, urządzenie dozujące, odprowadzanie oparów umieszcza się 180 g stałego ługu sodowego i 20 g wody. Zawartość aparatu podgrzewa się podczas mieszania do temperatury 290°C. Następnie dozuje się porcjami 12–15 g (stopionego i ogrzanego do 150°C) dwufenylosulfonu łącznie 218 g. Równocześnie w tym samym czasie po każdej porcji sulfonu dozuje się porcjami po 2 g suchy tlenek miedziowy łącznie 30 g CuO. Łączny czas dozowania obu składników 30 minut podczas ciągłego mieszania.

W czasie dozowania następuje rozkład sulfonu, opary powstałego benzenu porywają część dwufenylosulfonu, w związku z czym przed chłodnicą par benzenu umieszcza się kolbę z dwoma szyjami do wyłapywania

dwufenylosulfonu. Po zakończeniu dozowania zawartość reaktora podczas mieszania wygrzewa się w temperaturze 310–320°C przez 25 minut. Następnie kurkiem spustowym spuszcza się roztwór fenolu do 50 ml gorącej wody. Roztwór fenolanu oddziela się od siarczynu sodowego i miedzi metalicznej przez filtrację. Przesącz zakwasza się 189 g 50% kwasu siarkowego do pH 6–5.

Reaktor przemywa się 1200 ml wody, którą następnie zobojętnia się 99 g kwasu siarkowego do pH 6–5. Miedź metaliczną powstałą z tlenku miedziowego oddziela się od siarczynu sodowego przez przemywanie, a następnie poddaje się utlenieniu do CuO.

Łącznie ilość fenolu oznaczona analitycznie wynosi 76,9 g co stanowi 95,8% wydajności w odniesieniu do przereagowanego dwufenylosulfonu. Ilość wysublimowanego sulfonu wynosi 32 g który zawraca się do obiegu. Obok fenolu odzyskuje się benzen w postaci par z reaktora podczas stapiania, które są skraplane w chłodnicy chłodzonej płaszczem wodnym.

Przykład II. W aparacie do stapiania jak w przykładzie I umieszcza się 276 g 90% ługu sodowego i dodaje się porcjami jak w przykładzie I 218 g dwufenylosulfonu na przemian z porcjami 39,8 g CuO. Ciąg dalszy postępowania jak w przykładzie I. Otrzymuje się łącznie 57,4 g fenolu, co stanowi 69,5% wydajności teoretycznej. Ilość wysublimowanego sulfonu wynosi 26,5 g, który zawraca się do obiegu. Obok fenolu odzyskuje się benzen w postaci par z reaktora podczas stapiania, które są skraplane w chłodnicy chłodzonej płaszczem wodnym o wydajności 66% ze względu na nieszczelności aparaturowe.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania fenolu i benzenu z dwufenylosulfonu na drodze alkalicznego stapiania, **znamienny tym**, że dwufenylosulfon stapia się z ługiem sodowym w obecności tlenku miedziowego, w temperaturze 300–330°C, po czym z oddzielonego roztworu fenolanu wyodrębnia się fenol przez zakwaszenie, zaś benzen odzyskuje się w postaci oparów z reaktora podczas stapiania, które następnie skrapla się w chłodnicy.