



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

199 777

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 29 09 78
(21) PV 6328-78

(51) Int. Cl.³ C 07 3 35 26

C07C 59/70

(40) Zveřejněno 17 09 79
(45) Vydáno 01 12 82

(75)
Autor vynálezu

ČUDA JAROSLAV, KEMPNÝ LADISLAV, PARDUBICE, PSCHIEDT JIŘÍ ing.,
BOHDANEČ, SCHREIBER JIŘÍ dr. ing., CSo., PARDUBICE

(54) Způsob přípravy kyseliny fenoxycetové

1

Vynález se týká způsobu přípravy kyseliny fenoxycetové kondenzací fenolátu sodného s monochloroctanem sodným a převedením získaného fenoxycetanu sodného na kyselinu fenoxycetovou vykyselením minerální kyselinou.

Příprava kyseliny fenoxycetové zahříváním roztoku monochloroctanu sodného a fenolátu sodného je známá, avšak pracuje se s pevným fenolátem sodným, což je z technologického hlediska nevýhodné, neboť příprava suchého, pevného fenolátu sodného je obtížná. Kromě toho značná část fenolu při kondenzaci nezreaguje a jeho regenerace z matečných louhů není vyřešena.

Dosavadní výrobní postupy přípravy kyseliny fenoxycetové spočívají v tom, že se ke směsi fenolu a kyseliny monochloroctové ve vodě přidává cca 25% vodný roztok hydroxidu sodného při teplotách 50 až 95 °C. Reakční směs se po kondenzaci ochladí a fenoxycetan sodný se izoluje od matečných louhů. Rozpuštěním ve vodě, klerací a vykyselením minerální kyselinou se převede na kyselinu fenoxycetovou.

Při přidávání vodného roztoku hydroxidu k reakční směsi dochází vlivem příliš vysoké teploty k hydrolýze monochloroctové kyseliny a proto se výtěžek tohoto postupu pohybuje cca mezi 72 až 76 % teorie, počítáno na fenol při 1 4 % nadbytku kyseliny monochloroctové.

Ke zvýšení výtěžku v přepočtu na základní suroviny dochází u postupu, kdy se ke směsi vody, fenolu a kyseliny monochloroctové přidává vodný hydroxid sodný nebo draselný při teplotě maximálně 45 °C. Potom se reakční směs vyhřívá na kondenzační teplotu 80 až 90 °C. Vzhledem k nižší teplotě při přidávání vodného hydroxidu k reakční směsi a řízeným vyhříváním na optimální kondenzační teplotu nedochází k hydrolyze monochloroctové kyseliny v takové míře a výtěžek kyseliny fenoxycetové, počítáno na fenol, se zvýší na 85 až 87 % teorie a na 78,5 až 80,5 % teorie, počítáno na nasazenou kyselinu monochloroctovou.

Nevýhody tohoto způsobu přípravy kyseliny fenoxycetové spočívají v tom, že přidávání vodného hydroxidu alkalického kovu k reakční směsi vody, fenolu a kyseliny monochloroctové je vzhledem ke korozivnímu účinku nutno provádět v zařízení z materiálu s příslušnými korozními vlastnostmi, například v nerezovém zařízení, které je nákladné. Další nevýhodou je požadavek na značné množství fyzické práce při manipulaci s izolovanou sodnou nebo draselnou solí kyseliny fenoxycetové, která se izoluje na nuči, z níž se vybírá a namazuje do rozpouštěcího kotle pro převedení na kyselinu fenoxycetovou vykyselením.

Uvedené způsoby výroby rovněž neřeší ekonomicky výhodou regeneraci fenolu z matečných louhů po izolaci sodné soli fenoxycetové kyseliny. Navržené způsoby regenerace parovodní destilací z okyselených matečných louhů do silně kyselé reakce nebo extrakcí organickými rozpouštědly se nedají realizovat bez značných investic a nároků na pracovní síly. Aby bylo využití fenolu při výrobě kyseliny fenoxycetové co nejvyšší a do odpadních vod aby ho přecházelo co nejméně, pracuje se s 10 až 14 % přebytkem kyseliny monochloroctové a tím se zvyšují ztráty na této surovině.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob přípravy kyseliny fenoxycetové, který je předmětem vynálezu a jehož podstata spočívá v tom, že se k vodnému roztoku fenolátu sodného o koncentraci 20 až 65 % hmot. přidá vodný roztok monochloroctanu sodného o koncentraci 20 až 55 % hmot. při teplotě 15 až 70 °C, reakční směs se vyhřeje na teplotu 70 až 115 °C a po skončení kondenzace se její pH upraví přidávkou minerální kyseliny, výhodně chlorovodíkové, na hodnotu 6 až 7,5, načež se reakční směs podrobí parovodní destilaci k odstranění nezreagovaného fenolu, po jejímž skončení a po případném naředění vodou na maximálně trojnásobný objem a kleraci za přidávku aktivního uhlí se reakční směs okyselí minerální kyselinou, výhodně chlorovodíkovou, do pozitivní reakce na Kongo červen a krystaly ochlazením vyloučené kyseliny fenoxycetové se oddělí od kapalné fáze.

Protože kondenzace probíhá již od počátku v alkalickém prostředí, nejsou kladeny žádné speciální nároky na korozní odolnost materiálu, z něhož je příslušná nádoba zhotovena. Kondenzaci je možno provádět například v železném duplikátoru běžného typu. Korozivně náročná je pouze neutralizace kyseliny monochloroctové hydroxidem sodným nebo draselným, pro níž je nutno použít například nerezového zařízení. V každém případě je však toto zařízení menší nežli při výrobě doposud známými způsoby, kde je nutno celou kondenzaci provádět v nerezovém zařízení o příslušně větším objemu. Tato skutečnost je zejména významná při zvyšování výrobní kapacity.

Po skončené kondenzaci se pH reakční směsi upraví přidavkem minerální kyseliny pouze na neutrální reakci, takže se dá následující parovodní destilace fenolu opět provést v železném duplikátoru, v němž byla prováděna kondenzace. Parovodní destilací se získá část fenolu, který se ve zředěné formě nasazuje ke kondenzaci místo vody, a proto je možno reakci vést bez přebytku kyseliny monochloroctové. Výtěžek, počítaný na výchozí kyselinu monochloroctovou, se tím zvýší oproti dosavadním postupům oca o 5 % teorie.

Další výhodou způsobu přípravy kyseliny fenoxycetové podle vynálezu ve srovnání s dosavadní praxí je to, že odpadá fyzicky namáhavá práce při izolaci sodné nebo draselné soli kyseliny fenoxycetové, která se provádí na nuči a dále se nasazuje k rozpuštění a vykyselení. Vypuštěním této operace při způsobu práce podle vynálezu se vedle snížení podílu manuální práce na celé výrobě snižují i manipulační ztráty na minimum.

Pro bližší objasnění podstaty vynálezu je dále uveden příklad provedení, v němž uváděná % jsou % hmotnostní.

Příklad provedení

Do nerezového duplikátoru chlazeného solankou se vředloží 400 litrů vodného fenolu s obsahem 11 kg fenolu, získaného destilací přímou parou z předcházející operace, a dále se nasadí 382 kg monochloroctové kyseliny oca 98,5%. Za chlazení solankou při maximální teplotě 40 °C se do duplikátoru připouští z odměrky roztok hydroxidu sodného o koncentraci 20 až 50 % v celkovém množství, odpovídajícím 162 kg 100% hydroxidu sodného.

Po skončené neutralizaci se roztok co nejrychleji smísí s roztokem fenolátu sodného připraveného v železném duplikátoru o objemu 2 000 litrů tímto postupem: do železného duplikátoru se vředloží 400 litrů vodného fenolu s obsahem 11 kg fenolu získaného destilací přímou parou z předcházející operace, z odměrky se připustí 179 kg 100 % hydroxidu sodného ve formě koncentrovaného vodného roztoku a přidá se 358 kg fenolu. Celková dávka fenolu včetně fenolu v destilátech nasazených na neutralizaci kyseliny monochloroctové je 380 kg. Teplota vystoupí na 40 až 60 °C.

Do takto připraveného roztoku fenolátu sodného se přidá roztok monochloroctanu sodného. Za míchání se obsah železného duplikátoru vyhřeje na reakční teplotu 80 až 115 °C, při níž se udržuje 4 až 8 hodin; pH reakční směsi je i po skončení kondenzace 8 až 10. Přidavkem kyseliny chlorovodíkové se pH reakční směsi upraví na hodnotu 6 až 7 a přímou parou se oddestiluje oca 800 litrů kondenzátu, který se shromažďuje v jímce pod chladičem a použije pro další operaci.

Po skončené parovodní destilaci se reakční směs naředí užitkovou vodou na objem 3 400 litrů, přidá se 20 kg aktivního uhlí a při teplotě 65 až 70 °C se provede klerace. Zachycené aktivní uhlí na filtru se promyje 250 až 300 litry užitkové vody, která se přidá k filtrátu, Za teploty 60 až 65 °C se filtrát okyslí kyselinou chlorovodíkovou do pozitivní reakce na Kongo červeň. Za míchání se nechá obsah kádě samovolně chladnout, při 45 °C se zapojí chlazení vodou až na 20 až 25 °C. Při této teplotě se izoluje vyloučená kyselina fenoxycetová na odstředivce. Získá se 565 kg vlhkých jehličkovitých krystalů s obsahem 91 % kyseliny

199 777

liny fenoxyoctové, tj. 515 kg 1 00%, což odpovídá 89 % teorie, počítáno na nasazený fenol, a 83,7 % teorie, počítáno na nasazenou kyselinu monochloroctovou.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy kyseliny fenoxyoctové kondenzací fenolátu sodného s monochloroctanem sodným a převedením získaného fenoxyoctanu sodného na kyselinu fenoxyoctovou vykyselením minerální kyselinou, vyznačující se tím, že se k vodnému roztoku fenolátu sodného o koncentraci 20 až 65 % hmot. přidá vodný roztok monochloroctanu sodného o koncentraci 20 až 55 % hmot. při teplotě 15 až 70 °C, reakční směs se vyhřeje na teplotu 70 až 115 °C a po skončené kondenzaci se její pH upraví přidávkou minerální kyseliny, s výhodou chlorovodíkové, na hodnotu 6 až 7,5, načež se reakční směs podrobí parovodní destilaci k odstranění nezreagovaného fenolu, po jejímž skončení a případném naředění vodou na maximálně trojnásobný objem a kleraci zabřídavku aktivního uhlí se reakční směs okyslí minerální kyselinou, výhodně chlorovodíkovou, do pozitivní reakce na Kongo červeně a krystaly ochlazením vyloučené kyseliny fenoxyoctové se oddělí od kapalně fáze.