



Urząd Patentowy  
Rzeczypospolitej Polskiej

21 Numer zgłoszenia: 305699

51 IntCl<sup>6</sup>:

C07C 37/68  
C07C 39/04

22 Data zgłoszenia: 04.11.1994

54

### Sposób wydzielenia fenolu

43 Zgłoszenie ogłoszono:  
13.05.1996 BUP 10/96

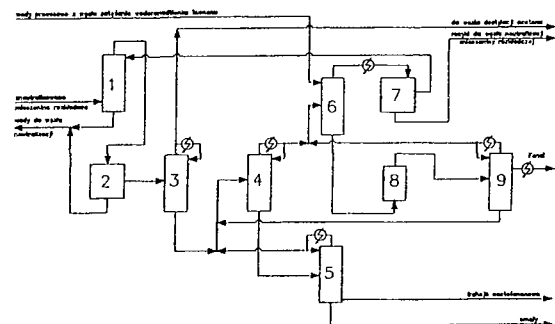
45 O udzieleniu patentu ogłoszono:  
29.01.1999 WUP 01/99

73 Uprawniony z patentu:  
Instytut Chemii Przemysłowej  
im.Prof.Ignacego Mościckiego,  
Warszawa, PL

72 Twórcy wynalazku:  
Włodzimierz Ratajczak, Warszawa, PL  
Miroslaw Karabin, Płock, PL  
Stanisław Szablewski, Płock, PL  
Michał Żebrowski, Płock, PL  
Marek Plesnar, Warszawa, PL  
Tadeusz Porębski, Warszawa, PL  
Wiesław Capała, Warszawa, PL  
Andrzej Rościszewski, Płock, PL  
Sławomir Tomzik, Warszawa, PL

74 Pełnomocnik:  
Królikowska Anna, Instytut Chemii Przemysłowej im.Prof.Ignacego Mościckiego

57 1 Sposób wydzielenia fenolu, otrzymywanego metodą kumenową z mieszaniny rozkładczej zneutralizowanej wodnym roztworem fenolanu sodowego i/lub wodorotlenku sodowego, przez jej destylacyjny rozdział na frakcję fenolową i acetonową i destylację frakcji fenolowej, **znamienny tym**, że z mieszaniny rozkładczej, zneutralizowanej do pH 7,5-8,5, ekstrahuje się sole fazą wodną destylatu z kolumny destylacji azeotropowej, następnie, po uzyskaniu z mieszaniny, znanym sposobem poprzez destylację, frakcji fenolowej i po oddzieleniu fenolu, również znanym sposobem poprzez destylację, od wyżej wrzących zanieczyszczeń, poddaje się go destylacji azeotropowej wydzielaając niżej wrzące zanieczyszczenia, przy czym jako orosienie kolumny stosuje się kondensat powstający w smoczkach parowych w trakcie operacji zateżania wodoronadtlenku kumenu, a uzyskany destylat w całości wyprowadza się poza układ kolumny, przy czym fazę wodną heterogenicznego destylatu wykorzystuje się do ekstrakcji soli z mieszaniny rozkładczej, zaś fenol, uzyskiwany z dołu tej kolumny, kieruje się bezpośrednio na złożo silnie kwasowego, makroporowatego kationitu poddając go w znany sposób rafinacji katalitycznej i końcowej rektyfikacji.



# Sposób wydzielania fenolu

## Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wydzielania fenolu, otrzymywanego metodą kumenową z mieszaniny rozkładczej zneutralizowanej wodnym roztworem fenolanu sodowego i/lub wodorotlenku sodowego, przez jej destylacyjny rozdział na frakcję fenolową i acetonową i destylację frakcji fenolowej, **znamienny tym**, że z mieszaniny rozkładczej, zneutralizowanej do pH 7,5-8,5, ekstrahuje się sole fazą wodną destylatu z kolumny destylacji azeotropowej, następnie, po uzyskaniu z mieszaniny, znanym sposobem poprzez destylację, frakcji fenolowej i po oddzieleniu fenolu, również znanym sposobem poprzez destylację, od wyżej wrzących zanieczyszczeń, poddaje się go destylacji azeotropowej wydzielając niżej wrzące zanieczyszczenia, przy czym jako orosienie kolumny stosuje się kondensat powstający w smoczkach parowych w trakcie operacji zatężania wodoronadtlenku kumenu, a uzyskany destylat w całości wyprowadza się poza układ kolumny, przy czym fazę wodną heterogenicznego destylatu wykorzystuje się do ekstrakcji soli z mieszaniny rozkładczej, zaś fenol, uzyskiwany z dołu tej kolumny, kieruje się bezpośrednio na złożo silnie kwasowego, makroporowatego kationitu poddając go w znany sposób rafinacji katalitycznej i końcowej rektyfikacji.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że ekstrahent, wymywający sole z mieszaniny rozkładczej, stosuje się w ilości 5-12% objętościowych w stosunku do mieszaniny rozkładczej.

3. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że ekstrakcję prowadzi się w temperaturze 10-55°C, najkorzystniej 35-45°C.

4. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że destylację azeotropową prowadzi się pod ciśnieniem 10-16 kPa utrzymując na 8-12 półce od szczytu kolumny temperaturę 70-100°C.

5. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że orosienie kondensatem ze smoczków parowych wprowadza się w ilości 4-10% wagowych w stosunku do wsadu frakcji fenolowej.

\* \* \*

Przedmiotem wynalazku jest sposób wydzielania fenolu z mieszaniny powstałej po kwasowym rozkładzie wodoronadtlenku kumenu.

Przy produkcji fenolu i acetonu metodą kumenową, która polega na: utlenieniu kumenu do wodoronadtlenku kumenu, następnie zatężeniu otrzymanego wodoronadtlenku kumenu poprzez oddestylowanie kumenu, i rozkładzie zatężonego wodoronadtlenku przy pomocy kwasu na ekwimolową mieszaninę fenolu i acetonu, powstałą w wyniku rozkładu mieszaninę, zwaną dalej mieszaniną rozkładczą, poddaje się rozdestylowaniu na frakcje: fenolową i acetonową, po czym z każdej frakcji uzyskuje się poprzez destylację czyste produkty finalne - fenol i aceton. Mieszanina rozkładcza ma bardzo złożony skład i oprócz fenolu i acetonu, które są głównymi produktami rozkładu wodoronadtlenku kumenu, zawiera ponad 40 zidentyfikowanych związków chemicznych oraz szereg substancji o nieustalonej strukturze, w tym nietolne substancje smoliste. Niektóre z zanieczyszczeń, takie na przykład jak kumen,  $\alpha$ -metylostyren, acetofenon, dwumetylofenylokarbinol, p-kumylofenol i dimery  $\alpha$ -metylostyrenu występują w tej mieszaninie w stężeniu nawet powyżej 1% wagowego. Inne, jak na przykład tlenek mezytylu i kwas mrówkowy, obecne są w stężeniu dużo niższym (poniżej 0,1%), lecz mimo to wielokrotnie przewyższającym stężenie dopuszczalne w produkcie finalnym. Skomplikowany skład mieszaniny rozkładczej powoduje, że wydzielanie czystego fenolu z takiego roztworu jest złożonym wielooperacyjnym procesem.

Według obecnego stanu techniki ogólna metodyka wydzielania fenolu z mieszaniny rozkładczej zawierającej rozpuszczony w niej katalizator rozkładu (kwas siarkowy) jest następująca.

Najpierw kwaśną mieszaninę rozkładczą neutralizuje się wodnym roztworem fenolanu sodu i/lub wodorotlenku sodu. Po odstaniu i oddzieleniu zasolonej fazy wodnej zneutralizowaną mieszaninę rozkładczą rozdziela się destylacyjnie na frakcję fenolową i acetonową. Z frakcji fenolowej w pierwszej kolejności destylacyjnie oddziela się fenol wraz z lotnymi zanieczyszczeniami od substancji wyżej wrzących i smołowych. Uzyskany destylat fenolowy poddaje się destylacji azeotropowej z wodą w celu oddzielenia od fenolu blisko wrzących węglowodorów aromatycznych. Następnie, na kolejnej kolumnie destylacyjnej z fenolu wydziela się resztę cięższych zanieczyszczeń, doprowadzając go do stanu zapewniającego prawidłowy przebieg jego rafinacji na złożu katalizatora jonitowego. Po rafinacji fenol podlega końcowej rektyfikacji, w wyniku której uzyskuje się produkt o czystości wymaganej dla surowca do syntezy kaprolaktamu czy dianu. Oznacza to, że fenol musi między innymi cechować się temperaturą krzepnięcia powyżej 40,6°C i zawierać nie więcej niż 15 ppm kwasu mrówkowego, 50 ppm tlenu mezytylu i 150 ppm sumy kumenu i  $\alpha$ -metylostyrenu. Uzyskaną w trakcie procesu wydzielania fenolu frakcję zawierającą smoły i substancje trudnolotne najczęściej poddaje się dodatkowej destylacji celem zmniejszenia strat fenolu w smołach fenolowych. Niekiedy obok destylatu, który zawraca się do głównego ciągu technologicznego, uzyskuje się produkt boczny tzw. frakcję acetofenową, której głównymi składnikami obok acetofenonu (20-40% wagowych) są fenol i dwumetylofenylokarbinol.

Stosowany w praktyce przemysłowej, opisany wyżej sposób wydzielania fenolu z mieszaniny rozkładczej nie jest pozbawiony wad, w szczególności przy jego stosowaniu występują znaczne trudności z dostatecznie głębokim oczyszczeniem fenolu od kwasu mrówkowego.

Istnieje kilka szczegółowych rozwiązań prowadzących do uzyskiwania fenolu o niskiej, zgodnej z normą, zawartości kwasu mrówkowego.

Według jednego z rozwiązań prowadzi się neutralizację mieszaniny rozkładczej do pH powyżej 7,5 wiążąc w sól cały kwas mrówkowy obecny w mieszaninie rozkładczej. W efekcie uzyskuje się fenol o niskiej zawartości kwasu mrówkowego, lecz towarzyszą temu istotne problemy eksploatacyjne związane z zarastaniem solami warników kolumn destylacyjnych i z podwyższoną zawartością popiołu w uzyskiwanej smole pofenolowej. Dla uniknięcia tych zjawisk surowiec poddaje się obróbce wodą. Takie rozwiązanie prowadzi jednak do powstania dodatkowej ilości bardzo uciążliwych ścieków, zawierających do 3% wagowych fenolu i wymagających zastosowania specjalnej technologii oczyszczania przed skierowaniem ich, na przykład, do oczyszczalni biologicznej.

Z powyższych względów stosuje się najczęściej inny sposób postępowania. Mianowicie mieszaninę rozkładczą poddaje się neutralizacji do pH poniżej 7,0 (zazwyczaj 6,0-6,5). W efekcie uzyskuje się mniej zasolony wsad na rozdestylowanie, który jednak zawiera pewne ilości wolnego kwasu mrówkowego. Kwas ten usuwany jest z fenolu podczas destylacji azeotropowej z wodą. Kwas mrówkowy gromadzi się w fazie wodnej heterogenicznego destylatu. Przed skierowaniem, otrzymanej w ten sposób, fazy wodnej na orosienie kolumny należy usunąć z niej kwas mrówkowy za pomocą anionitu, zgodnie z polskim opisem patentowym nr 113 250. Ubocznym skutkiem zastosowania anionitu do sorpcji kwasu mrówkowego z warstwy wodnej jest pojawienie się w wodzie, a co za tym idzie i w fenolu niewielkich ilości jonów sodowych. Kationy metali w fenolu opuszczającym kolumnę destylacji azeotropowej są silnym inhibitorem jonitowego katalizatora rafinacji fenolu. Dlatego też fenol przed skierowaniem na rafinację katalityczną i rektyfikację końcową musi być poddawany dodatkowej destylacji.

Innym niekorzystnym zjawiskiem występującym przy destylacji mieszaniny rozkładczej, zawierającej podwyższoną ilość wolnego kwasu mrówkowego, jest powstawanie smół fenolowych o bardzo wysokiej lepkości, utrudniającej pełne wydestylowanie fenolu z tych smół. Lepkość smół fenolowych, jak również ich ilość, wzrasta na skutek zachodzących w kubach kolumn destylacyjnych i katalizowanych przez kwas mrówkowy, reakcji kondensacji, polimeryzacji i alkilacji zanieczyszczeń. W reakcje te wchodzi również fenol. Tak więc przyczyną dodatkowych strat fenolu jest zarówno jego zużywanie się w reakcjach ubocznych, jak i wysoka lepkość smół.

Okazało się, że opisanych wyżej problemów technologicznych można uniknąć, o ile wydzielenie fenolu z mieszaniny rozkładczej przeprowadzi się w sposób według niniejszego wynalazku.

W szczególności nieoczekiwanie okazało się, że postępując według wynalazku, bez zwiększenia ilości uciążliwych, zafenolowanych ścieków, można uzyskiwać czysty fenol o niskiej zawartości kwasu mrówkowego (poniżej 15 ppm) a jednocześnie ograniczyć straty fenolu w smole fenolowej, zmniejszyć zużycie energii cieplnej na jednostkę produkowanego fenolu i doprowadzić do otrzymywania smół fenolowych o stosunkowo niskiej lepkości, zawierających mało popiołu.

Według wynalazku, kwaśną mieszaninę rozkładczą poddaje się obróbce wodnym roztworem fenolanu sodowego i/lub wodorotlenku sodowego prowadzonej w taki sposób, aby zneutralizowana mieszanina rozkładcza miała pH w granicach 7,5-8,5. Zneutralizowaną mieszaninę rozkładczą poddaje się obróbce ekstrakcyjnej w ekstraktorze 1 w celu wymycia z niej soli, głównie siarczanu i mrówczanu sodu. Jako ekstrahent stosuje się fazę wodną destylatu z kolumny destylacji azeotropowej 6, podawaną ze zbiornika-rozdzielacza 7. Korzystnie jest stosować ekstrahent w ilości 5-12% objętościowych w stosunku do mieszaniny rozkładczej i prowadzić ekstrakcję w temperaturze 10-50°C a najlepiej - 35-45°C.

Mieszanina rozkładcza po ekstrakcji zawiera nie więcej niż 0,002% kationów sodu, a jej pH wynosi 7,1-8,0. Mieszaninę tę po odstaniu w zbiorniku 2 poddaje się, w znany sposób rozdestylowaniu wstępnemu w kolumnie 3 na frakcje: acetonową i fenolową. Uzyskaną frakcję fenolową, w znany sposób, poddaje się rozdestylowaniu na kolumnie destylacyjnej 4 oddzielając od fenolu wyżej wrzące zanieczyszczenia, między innymi acetofenon, dwumetylofenylokarbinol, dimery  $\alpha$ -metylostyrenu, p-kumylofenol oraz substancje smoliste. Według wynalazku destylat kolumny 4 poddaje się dalej destylacji ekstrakcyjnej na kolumnie 6. Na szczyt tej kolumny podaje się jako orosienie kondensat ze smoczków parowych, powstający na oddziale utleniania kumenu w węźle destylacyjnego zateżania wodoronadtlenku kumenu, i kierowany zazwyczaj do kanalizacji ściekowej. Korzystnie jest destylację ekstrakcyjną prowadzić pod ciśnieniem 10-16 kPa utrzymując na 8-12 półce od szczytu kolumny temperaturę 70-100°C i stosując orosienie kondensatem ze smoczków parowych w ilości 4-10% wagowych w stosunku do wsadu frakcji fenolowej.

Uzyskany heterofazowy destylat w całości wyprowadza się poza układ kolumny węglowodorowej do zbiornika-rozdzielacza aparat 7. Fazę wodną destylatu, zawierającą między innymi 3-6% fenolu i 0,1-0,3% kwasu mrówkowego, stosuje się, jak już powiedziano wyżej, do ekstrakcji soli ze zneutralizowanej mieszaniny rozkładczej w ekstraktorze 1. Fenol surowy uzyskiwany z dołu kolumny destylacji azeotropowej 6, który zawiera poniżej 0,3% zanieczyszczeń organicznych i poniżej 0,0015% kwasu mrówkowego, kieruje się bezpośrednio do węzła rafinacji i destylacji końcowej, gdzie w znany sposób poddaje się go katalitycznej rafinacji na złożu kationitu w reaktorze 8 i końcowej rektyfikacji w kolumnie destylacyjnej 9.

Produkt z dołu kolumny 4, pozostały po oddzieleniu fenolu, kieruje się na smołową kolumnę destylacyjną 5, gdzie, w znany sposób, wydziela się zawracany do procesu destylat fenolowy, oraz jako produkt boczny tzw. frakcję acetofenonową. Jej głównymi składnikami są acetofenon, dwumetylofenylokarbinol i fenol. Frakcja ta stanowi surowiec do produkcji acetofenonu i p-kumylofenolu.

Dzięki zahamowaniu reakcji przebiegających we frakcji fenolowej - na skutek zmniejszenia stężenia kwasu mrówkowego w tej frakcji - uzyskuje się substancje smoliste o małej lepkości. Okazało się, że mała lepkość substancji smolistych pozwala na obniżenie do 1-2% wagowych stężenia fenolu w odpadowej smole.

Kondensat ze smoczków parowych, użyty jako orosienie kolumny węglowodorowej 6, powstaje w trakcie operacji zateżania wodoronadtlenku kumenu przed poddaniem go rozkładowi na fenol i aceton. Zawiera on substancje organiczne, między innymi kumen (0,01-0,03% wagowych), metanol (0,02-0,1% wagowych), kwas mrówkowy (0,01-0,1% wagowych) i zazwyczaj jest kierowany do ścieków. Nieoczekiwanie okazało się, że pomimo obecności w kondensacie ze smoczków parowych szeregu substancji organicznych, zastosowanie go jako orosienia

kolumny 6 nie obniża stopnia wydestylowania z fenolu zarówno kumenu i  $\alpha$ -metylostyrenu, jak i kwasu mrówkowego.

Sposób według wynalazku pozwala na uzyskiwanie czystego fenolu przy mniejszym zużyciu energii głównie dzięki temu, że nie prowadzi się dodatkowej destylacji fenolu odbieranego z dołu kolumny węglowodorowej 6 przed skierowaniem go na rafinację katalityczną w reaktorze 8. Z operacji tej można zrezygnować, gdyż okazało się, że postępując według wynalazku dzięki wyprowadzeniu całego destylatu z kolumny 6 poza ciąg destylacyjny fenolu, można zrezygnować z operacji odkwaszania na sorbencie fazy wodnej destylatu kolumny 6. Według tradycyjnej technologii węzeł odkwaszania destylatu kolumny destylacji azeotropowej, zwracanego na orosienie tej kolumny, jest źródłem wprowadzającym kationy sodowe do fenolu odbieranego dołem tej kolumny. Kationy sodowe są silnym inhibitorem jonitowego katalizatora rafinacji fenolu. Stąd, w tradycyjnej metodzie wydzielania fenolu, wynika bezwzględna konieczność dodatkowej jego destylacji przed skierowaniem go na rafinację.

Okazało się również, że faza wodna destylatu kolumny węglowodorowej 8, uzyskiwana sposobem według patentu i zawierająca zazwyczaj obok 3-6% wagowych fenolu i 0,1-0,2% wagowego węglowodorów również 0,2-0,4% wagowego kwasu mrówkowego, jest dobrym ekstrahentem usuwającym sole ze zneutralizowanej mieszaniny rozkładczej. Proces ekstrakcji soli przebiega efektywnie, mimo iż strumień ekstrahenta stanowi zaledwie 5-12% objętościowych strumienia mieszaniny rozkładczej. Nie obserwuje się też reekstrakcji wolnego kwasu mrówkowego z fazy wodnej do odsalanej mieszaniny rozkładczej.

Ze względu na niewielką różnicę pomiędzy gęstościami mieszaniny rozkładczej i stosowanego ekstrahenta, korzystnie jest zapewnić dostateczny czas na odstawienie mieszaniny rozkładczej po ekstrakcji. Zapewnienie właściwych warunków odstawiania w istotnym stopniu zmniejsza zasolenie mieszaniny rozkładczej kierowanej na rozdestylowanie.

**P r z y k ł a d 1.** Strumień mieszaniny rozkładczej mający pH 8,1 i temperaturę 20°C w ilości 1,5 t/godz. podaje się na dół ekstraktora 1. Ekstraktor ma zdolność rozdzielczą równą 4 półkom teoretycznym. Mieszanina rozkładcza ma skład przedstawiony w tabeli 1, kolumna 2. Na szczyt ekstraktora podaje się ze zbiornika-rozdzielacza 7 fazę wodną destylatu z kolumny 6 w ilości około 80 kg/godz. Ekstrahent zawiera między innymi 4,4% fenolu i 0,25% kwasu mrówkowego. Odsoloną mieszaninę rozkładczą, o składzie podanym w tabeli 1, kolumna 3, po 24 godzinach odstawiania, poddaje się destylacji pod ciśnieniem atmosferycznym odbierając ze szczytu kolumny destylacyjnej 3 frakcję acetonową, zaś z dołu tejże kolumny frakcję fenolową o składzie podanym w tabeli 1, kolumna 4. Frakcję fenolową poddaje się destylacji na kolumnie 4 pod ciśnieniem 13 kPa uzyskując destylat o składzie przedstawionym w tabeli 1, kolumna 5. Pozostałość podestylacyjną z kolumny 4, zawierającą około 40% wagowych fenolu, poddaje się destylacji próżniowej na kolumnie 5. Z kolumny 5 uzyskuje się:

- destylat zawierający powyżej 90% fenolu, który zawraca się do kolumny 4 do głównego ciągu destylacji fenolu,
- frakcję acetofenonową odbieraną z czwartej półki licząc od dołu kolumny, której głównymi składnikami są acetofenon (29,0% wagowych), fenol (35,0% wagowych) i dwumetylofenylokarbinol (25% wagowych),
- smołę fenolową, której głównymi zidentyfikowanymi składnikami są (% wagowe): fenol - 2,3%, kumylofenole - 30,6%, dimery  $\alpha$ -metylostyrenu - 24,0%, acetofenon - 4,2%, dwumetylofenylokarbinol - 3,8%.

Destylat kolumny 4 w ilości 800 kg/godz. poddawany jest destylacji azeotropowej w kolumnie 6 pod ciśnieniem 12 kPa. Destylację azeotropową prowadzi się w taki sposób, że na 10 półce, licząc od szczytu, utrzymuje się temperaturę w granicach 70-85°C. Jako orosienie kolumny 6 podaje się, w ilości 70 kg/godz., kondensat wodny, powstający w smoczkach parowych w trakcie operacji próżniowego zateżnienia wodoronatlenku kumenu zawartego w mieszaninie poreakcyjnej po utlenianiu kumenu. Kondensat oprócz wody zawiera, między innymi, 0,055% kwasu mrówkowego, 0,035% kumenu i 0,085% metanolu. Ze szczytu kolumny 6 odbiera się 110 kg dwufazowego destylatu, który rozdziela się w zbiorniku-rozdzielaczu 7 na fazę wodną kierowaną do ekstraktora 1 i na fazę organiczną, zwracaną do węzła neutralizacji mieszaniny rozkładczej. Z dołu kolumny 6 odbiera się fenol surowy o składzie przedstawionym

w tabeli 1. kolumna 6. Fenol ten poddaje się rafinacji na katalizatorze jonitowym marki Amberlyst 15. Rafinacja biegnie w aparacie 8, w temperaturze 90°C, przy czasie kontaktu z katalizatorem równym 0,5 godziny. Produkt z reaktora 8 poddaje się końcowej rektyfikacji w kolumnie destylacyjnej 9. Jako produkt boczny kolumny 9 uzyskuje się czysty fenol mający temperaturę krzepnięcia równą 40,8°C, zawierający zanieczyszczenia organiczne w ilości (% wagowe): kumen - 0,0005%,  $\alpha$ -metylostyren - 0,0004%, acetofenon - 0,0010%, kwas mrówkowy - 0,0008%, inne - 0,0020%.

Przykład 2. Strumień mieszaniny rozkładczej mający pH 8,4 i temperaturę 40°C w ilości 1,5 t/godz. podaje się na dół ekstraktora 1 jak w przykładzie 1. Mieszanina rozkładcza ma skład przedstawiony w tabeli 2. kolumna 2. Na szczyt ekstraktora podaje się ze zbiornika-rozdzielacza 7 fazę wodną destylatu z kolumny 6 w ilości około 130 kg/godz. Ekstrahent zawiera między innymi 3,60% fenolu i 0,15% kwasu mrówkowego. Odsoloną mieszaninę rozkładczą, o składzie podanym w tabeli 2. kolumna 3., po 24 godzinach odstawania, poddaje się destylacji pod ciśnieniem atmosferycznym odbierając z dołu kolumny destylacyjnej 3 frakcję fenolową o składzie przedstawionym w tabeli 2. kolumna 4. Frakcję fenolową poddaje się destylacji na kolumnie 4 pod ciśnieniem 13 kPa uzyskując destylat o składzie uwidocznionym w tabeli 2. kolumna 5. Pozostałość podestylacyjną z kuba kolumny 4, zawierającą około 30% fenolu, poddaje się destylacji próżniowej na kolumnie 5. Uzyskuje się:

- destylat zawierający około 88% fenolu, który zawraca się do kolumny 4 do głównego ciągu destylacji fenolu,

- frakcję acetofenonową odbieraną z czwartej półki licząc od dołu kolumny, której głównymi składnikami są acetofenon (33,5% wagowych), fenol (32,5% wagowych) i dwumetylofenylokarbinol (22,4% wagowych),

- smołę fenolową, której głównymi zidentyfikowanymi składnikami są (% wagowe): fenol - 1,9%, kumylofenole - 31,2%, dimery  $\alpha$ -metylostyrenu - 24,5% acetofenon - 3,6%, dwumetylofenylokarbinol - 3,1%.

Destylat kolumny 4 w ilości 800 kg/godz. poddawany jest destylacji azeotropowej w kolumnie 6 pod ciśnieniem 16 kPa. Destylację azeotropową prowadzi się w taki sposób, że na 8 półce, licząc od szczytu, utrzymuje się temperaturę w granicach 75-90°C. Jako oroszenie kolumny 6 podaje się, w ilości 120 kg/godz., kondensat wodny, jak w przykładzie 1, zawierający oprócz wody, między innymi, 0,068% kwasu mrówkowego, 0,045% kumenu i 0,075% metanolu, ze szczytu kolumny 6 odbiera się 170 kg dwufazowego destylatu, który rozdziela się w zbiorniku-rozdzielaczu 7 na fazę wodną kierowaną do ekstraktora 1 i na fazę organiczną, zawracaną do węzła neutralizacji mieszaniny rozkładczej. Z dołu kolumny 6 odbiera się fenol surowy o składzie przedstawionym w tabeli 2. kolumna 6. Fenol ten poddaje się rafinacji i rektyfikacji końcowej jak w przykładzie 1, uzyskując czysty fenol o temperaturze krzepnięcia równej 40,8°C, zawierający zanieczyszczenia organiczne w ilości (% wagowe): kumen - 0,0004%,  $\alpha$ -metylostyren - 0,0003%, acetofenon - 0,0008%, kwas mrówkowy - 0,0006%, inne - 0,0020%.

Tabela 1 (do przykładu 1)

Składniki strumienia (zawartość w % wagowych)→	Mieszanina rozkładcza		Fracja fenolowa	Destylat kolumny 4	Fenol surowy
	zneutralizowana	po ekstrakcji			
1	2	3	4	5	6
Fenol	47,00	46,70	87,70	96,80	99,70
Aceton	33,10	32,70	0,10	0,13	-
Kumen	2,50	2,55	0,10	0,12	0,001
$\alpha$ -Metylostyren	2,40	2,43	1,10	1,40	0,017
Kumylofenole	1,30	1,33	2,80	-	-
Dimery $\alpha$ -metylostyrenu	1,10	1,12	2,40	-	-
Acetofenon	0,87	0,90	1,85	0,05	0,055
Dwumetylofenylokarbinol	0,83	0,80	1,55	0,05	0,045

cd tabeli 1					
1	2	3	4	5	6
Tlenek mezytylu	0,03	0,03	0,03	0,03	0,031
Woda	9,90	10,50	0,90	1,15	0,020
Kwas mrówkowy	0,01	0,01	0,015	0,016	<0,001
Mrówczan sodu	0,05	0,004	0,01	-	-
Siarczan sodu	0,01	<0,001	0,003	-	-
Inne	0,90	0,92	1,44	0,25	0,130

T a b e l a 2 (do przykładu 2)

Składniki strumienia (zawartość w % wagowych)→	Mieszanina rozkładcza		Fracja fenolowa	Destylat kolumny 4	Fenol surowy
	zneutralizowana	po ekstrakcji			
Fenol	46,90	46,90	89,20	97,40	99,75
Aceton	33,00	32,70	0,10	0,12	-
Kumen	2,20	2,15	0,05	0,07	0,001
$\alpha$ -Metylostyren	2,30	2,25	0,80	1,10	0,012
Kumylofenole	1,10	1,25	2,40	-	-
Dimery $\alpha$ -metylostyrenu	0,90	0,80	1,90	-	-
Acetofenon	1,05	1,05	2,05	0,055	0,060
Dwumetylofenylokarbinol	0,90	0,75	1,35	0,045	0,040
Tlenek mezytylu	0,034	0,034	0,037	0,038	0,036
Woda	10,50	11,10	0,80	1,00	0,020
Kwas mrówkowy	0,006	0,006	0,008	0,009	<0,001
Mrówczan sodu	0,055	0,003	0,008	-	-
Siarczan sodu	0,015	<0,001	0,002	-	-
Inne	1,04	1,01	1,30	0,16	0,080

