POLSKA RZECZPOSPOLITA LUDOWA

URZĄD PATENTOWY PRL

# OPIS PATENTOWY

140897

Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 83 12 29 (P. 245396)

Pierwszeństwo _____

Zgłoszenie ogłoszono: 85 07 02

Opis patentowy opublikowano: 1988 01 15

Int. Cl.[4] C07C 37/08
C07C 7/177

CZYTELNIA
Urzędu Patentowego

**Twórcy wynalazku:** Jolanta Maślińska-Solich, Antoni Cuber, Józef Kozieł

**Uprawniony z patentu:** „Polifarb" Cieszyńska Fabryka Farb i Lakierów, Cieszyn (Polska)

## Sposób usuwania α-metylostyrenu z frakcji węglowodorowej powstającej przy produkcji fenolu

1

Przedmiotem wynalazku jest nowy sposób usuwania α-metylostyrenu z frakcji węglowodorowej powstającej przy produkcji fenolu metodą kumenową, zawierającej głównie izopropylobenzen i α-metylostyren, w wyniku polireakcji α-metylostyrenu ze związkami nienasyconymi o charakterze elektronoakceptorowym.

W procesie produkcji fenolu i acetonu metodą kumenową po przereagowaniu 25—40% izopropylenu do wodorotlenku kumenu, nadtlenek rozkłada się w obecności między innymi kwasu siarkowego. Produkty reakcji przy 25% konwersji stanowią mieszaninę 8% wag. acetonu, 76% wag. izopropylobenzenu, 1% wag. α-metylostyrenu, 14% wag. fenolu, 1% wag. acetofenolu. Po odpędzeniu acetonu w kolumnie rektyfikacyjnej, wydziela się mieszaninę izopropylobenzenu i α-metylostyrenu. Obecność α-metylostyrenu we frakcji węglowodorowej nie pozwala na ponowne zawracanie jej do reakcji utleniania izopropylobenzenu do wodoronadtlenku kumenu. Frakcję węglowodorową zawierającą głównie izopropylobenzen i α-metylostyren należy oczyścić od α-metylostyrenu do jego zawartości 0,25% obj.

Znane dotychczas metody oczyszczania izopropylobenzenu od α-metylostyrenu polegają na katalicznym uwodornieniu tej mieszaniny. Wobec katalizatorów specjalnie do tego procesu preparowanych (np. katalizatorów Ni, Pt, Pd osadzonych na $Al_2O_3$ uaktywnianych strumieniem $N_2S$ do $H_2$

2

(22% do 78%) opis patentowy Francji 1,427,162 1966). Oczyszczony izopropylobenzen zawiera 0,005% obj. α-metylostyrenu.

W znanych metodach konieczne jest stosowanie specjalnie przyrządzonych katalizatorów, aby redukcja przebiegała selektywnie, odpowiednia wielkość reaktora z czym wiążą się koszty inwestycyjne.

Sposobem według wynalazku usuwa się α-metylostyren z frakcji węglowodorowej powstającej przy produkcji fenolu zawierającej głównie izopropylobenzen i α-metylostyren, poprzez wprowadzenie nienasyconego związku o charakterze elektronoakceptorowym takiego jak: bezwodnik kwasu maleinowego lub bezwodnik itakonowy lub monoester butylowy kwasu maleinowego, stosowanego w ilości 0,1—1,0 mola na 1 mol α-metylostyrenu zawartego we frakcji. Prowadzi się kopolimeryzacje wobec 0,1—10% molowych inicjatora rodnikowego, ogrzewając w zakresie od 0°C do temperatury wrzenia mieszaniny reakcyjnej. Mieszaninę poreakcyjną poddaje się procesowi oddestylowania izopropylobenzenu z nad wytwarzanego polimeru.

Otrzymany w ten sposób izopropylobenzen, zawierający poniżej 0,05% obj. α-metylostyrenu, może być ponownie użyty do reakcji utleniania do wodorotlenku kumenu. Sposób usuwania α-metylostyrenu według wynalazku pozwala usunąć α-metylostyren bez stosowania deficytowych katalizatorów do uwodornienia, wykorzystać utworzone kopolimery do produkcji farb i lakierów, klejów.

Przykład I. Do frakcji węglowodorowej otrzymanej jako produkt z instalacji destylacji fenolu (w metodzie kumenowej) zawierającej 49,56% wag. izopropylobenzenu 48,48% wag. α-metylostyrenu, 1,90% wag. fenolu w ilości 24,6 kg dodano 9,8 kg bezwodnika maleinowego, ogrzewano do temperatury wrzenia 140°C. Stopniowo w ciągu 0,5 godz. dodawano 2,5 kg nadtlenku benzoilu przy intensywnym mieszaniu. Po 8 godz. reakcji izopropylobenzen dekantuje się z nad kopolimeru i poddaje się destylacji. Izopropylobenzen po destylacji zawiera 0,02% obj. α-metylostyrenu. Powstały kopolimer może być używany do dalszego przetwórstwa.

Przykład II. Do frakcji węglowodorowej izopropylobenzenu 15 kg zawierającej 1,5% wag. α-metylostyrenu dodano 213,5 g bezwodnika kwasu itakonowego, 44 g wodoronadtlenku kumenu i ogrzewano do wrzenia. Reakcję zakończono po całkowitym przereagowaniu α-metylostyrenu. Izopropylobenzen oddestylowano pod zmniejszonym ciśnieniem otrzymując produkt o czystości 99,99% metodą chromatografii gazowej.

Przykład III. Do frakcji węglowodorowej otrzymanej jako produkt uboczny z instalacji destylacji fenolu (w metodzie kumenowej) zawierającej 75% wag. izopropylobenzenu, 24% wag. α-metylostyrenu, 1,0% wag. fenolu w ilości 75 kg dodano 20,6 kg monoestru butylu kwasu maleinowego, stopniowo 5,0 kg nadtlenku benzoilu przy intensywnym mieszaniu, ogrzewano w temperaturze wrzenia do stopnia przereagowania α-metylostyrenu do 99,8%. Izopropylobenzen przedestylowano z nad kopolimeru — czystość 99,99%.



Zastrzeżenie patentowe

Sposób usuwania α-metylostyrenu z frakcji węglowodorowej powstającej przy produkcji fenolu, metodą kumenową, zawierającej głównie izopropylobenzen i α-metylostyren, **znamienny tym,** że do frakcji weglowodorowej wprowadza się nienasycony związek o charakterze elektronoakceptorowym taki jak bezwodnik kwasu maleinowego lub bezwodnik itakonowy lub monoester butylowy kwasu maleinowego w ilości 0,1—1,0 mola nienasyconego związku na 1 mol α-metylostyrenu zawartego we frakcji oraz 0,1—10% molowych inicjatora rodnikowego polimeryzacji i ogrzewa w zakresie temperatur od 0°C do temperatury wrzenia mieszaniny reakcyjnej, po czym oddestylowuje się z nad wytworzonego polimeru izopropylobenzen zawierający poniżej 0,05% obj. α-metylostyrenu.

OZGraf. Z.P. Dz-wo, z. 742 (85+15) 12.87

Cena 130 zł