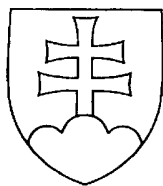


SLOVENSKÁ REPUBLIKA

(19) SK



ÚRAD
PRIEMYSELNÉHO
VLASTNÍCTVA
SLOVENSKEJ REPUBLIKY

ZVEREJNENÁ PATENTOVÁ PRIHLÁŠKA

(11), (21) Číslo dokumentu:

661-2003

- (22) Dátum podania prihlášky: **30. 11. 2001**
(31) Číslo prioritnej prihlášky: **100 60 503.6**
(32) Dátum podania prioritnej prihlášky: **6. 12. 2000**
(33) Krajina alebo regionálna organizácia priority: **DE**
(40) Dátum zverejnenia prihlášky: **3. 2. 2004**
Vestník ÚPV SR č.: **2/2004**
(62) Číslo pôvodnej prihlášky v prípade vylúčenej prihlášky:
(86) Číslo podania medzinárodnej prihlášky podľa PCT: **PCT/EP01/14030**
(87) Číslo zverejnenia medzinárodnej prihlášky podľa PCT: **WO02/46132**

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl.⁷ :

C07C 37/74

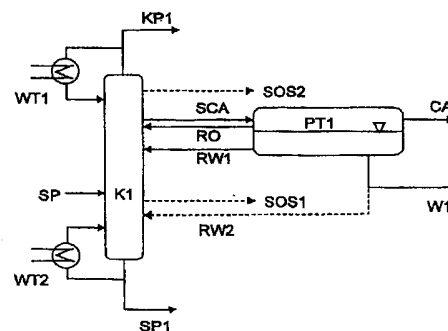
(71) Prihlasovateľ: **INEOS Phenol GmbH & Co. KG, Gladbeck, DE;**

(72) Pôvodca: **Korte Hermann-Josef, Haltern, DE;**
Schwarz Christoph, Marl, DE;
Tanger Uwe, Bochum, DE;
Ullrich Jochen, Gladbeck, DE;
Weber Manfred, Haltern, DE;

(74) Zástupca: **Bušová Eva, JUDr., Bratislava, SK;**

(54) Názov: **Spôsob destilačného spracovania zmesí štiepných produktov, ktoré vznikajú pri štiepení alkylarylhydroperoxidov, a zariadenie na vykonanie tohto spôsobu**

(57) Anotácia:
Opisuje sa spôsob destilačného spracovania zmesí štiepných produktov produkovaných pri štiepení alkylarylhydroperoxidov, pri ktorom zmes štiepných produktov možno rozdeliť do troch hlavných frakcií iba v jednom zariadení. Uvedený spôsob možno použiť na destilačné spracovanie zmesí štiepných produktov produkovaných pri štiepení alkylarylhydroperoxidov, najmä pri štiepení kuménhydroperoxidu. Zároveň týmto spôsobom je možné zo zmesi štiepných produktov, ktorá sa získala štiepením kuménhydroperoxidu, separovať fenol a acetón.



Spôsob destilačného spracovania zmesí štiepných produktov, ktoré vznikajú pri štiepení alkylarylhydroperoxidov, a zariadenie k uskutočňovaniu tohoto spôsobu

Oblasť techniky

Vynález sa týka zlepšeného spôsobu destilačného spracovania zmesí štiepných produktov, ktoré vznikajú pri štiepení alkylarylhydroperoxidov. Vynález sa najmä týka spôsobu destilačného spracovania štiepneho produktu, ktorý vzniká pri štiepení kuménhydroperoxidu.

Doterajší stav techniky

Spôsob kyselinou katalyzovaného štiepenia kuménhydroperoxidu na fenol a acetón má dlhodobu zvláštny priemyslový význam. Pri tomto spôsobe prípravy fenolu z kuménu Hockovým postupom sa v prvom reakčnom kroku, t.j. v oxidačnom kroku, kumén zoxiduje na kuménhydroperoxid (ďalej jen CHP) a CHP sa následne zahustí pri vákuovej destilácii, tzn. v kroku na zahustenie, na 65 % hmotn. až 90 % hmotn. V druhom reakčnom kroku, t.j. štiepnom kroku, sa CHP štiepi na fenol a acetón pôsobením kyseliny, spravidla kyseliny sírovej. Okrem fenolu a kuménu sú produktom štiepenia ďalšie zlúčeniny, ktoré môžu vznikáť v reakčných krokoch, ktoré predchádzajú štiepeniu a ktoré sa v priebehu štiepenia nemenia alebo sa menia iba čiastočne. Najdôležitejšími zlúčeninami, ktoré môžu byť okrem fenolu a acetónu prítomné v štiepnom produkte sú najmä α -metylstyrén (ďalej jen AMS), kumén a acetofenón. Okrem toho

môžu byť v štiepnom produkte prítomné malé množstvá dimetylfenylkarbinolu (ďalej len DMPC), ktorý sa tvorí už v oxidačnom kroku. Ďalšími prímiesami sú napríklad zlúčeniny ako je metylbenzofurán (ďalej len MBF), hydroxyacetón, mezityloxid (ďalej len MO) a karbonylové zlúčeniny, akými sú (acet)aldehydy a 2-fenylpropionaldehyd. Po neutralizácii štiepneho produktu a po odstránení celej vodnej fázy sa štiepny produkt spracuje destiláciou.

Sú známe rôzne spôsoby spracovania štiepneho produktu destiláciou (Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 5. kompletne upravené vydanie, zv. A19, 1991, VCH Verlagsgesellschaft mbH, Weinheim). V podstate u všetkých týchto postupov sa štiepny produkt najskôr neutralizuje vodným roztokom peroxidu vodíka, amíny, vodným fenolátovým lúhom a/alebo sa použije iónovo vymieňačová živica. Po separácii fáz sa organická časť neutralizovaného štiepneho produktu prevedie do prvej kolóny, v ktorej sa od zvyšku štiepneho produktu oddestiluje surový acetón, ktorý môže obsahovať vodu, hydroxyacetón, kumén a/alebo AMS. Na tento surový acetón sa spravidla pôsobí alkáliou v práčke a následne sa uskutoční ďalšie čistenie destiláciou. Jednako len prepieranie sa čiastočne realizuje aj v kolóne. Produkt z päty prvej kolóny sa destiluje v druhej kolóne, z ktorej hlavy je odoberaný zvyškový AMS a kumén, ktoré sa spravidla zavádzajú do hydrogenačného kroku, v ktorom sa opäť pripravuje kumén. Vzájomnú separáciu AMS a kuménu možno taktiež realizovať azeotropnou destiláciou s vodou. Produkt, ktorý zostane v päte druhej kolóny, sa destiluje v kolóne pre výrobu surového fenolu.

Výsledný surový fenol možno ďalej čistiť extrakčnou destiláciou s vodou a/alebo za použitia kyselinového iónového vymieňača a následnej destilácie. Pri druhom spomínanom

spôsobe sa zlúčeniny, ktoré sa obtiažne oddeľujú od fenolu destiláciou, napríklad mezityloxid a hydroxyacetón, kondenzujú za vzniku zlúčenín s vyššou teplotou varu.

Podľa DE-AS 1 105 878 (fenolová chémia) sa neutralizovaný štiepny produkt, ktorý sa separuje od surového acetónu v kolóne určenej pre získanie surového acetónu, taktiež premiestni do uhľovodíkovej kolóny, kde sa v prítomnosti vody, uhľovodíkov s nižšou teplotou varu ako fenol, akými sú napríklad AMS a kumén, oddestiluje cez hlavu kolóny. Organická fáza odobratá z päty kolóny sa zavedie do hlavy nasledujúcej kolóny, v ktorej sa od fenolu a produktov s vysokou teplotou varu, ktoré vznikajú v päte kolóny, oddelí voda. Zmes fenolu a produktov s vysokou teplotou varu sa následne prevedie do kolóny určenej pre získanie surového fenolu. Zvyšky vznikajúce v tejto kolóne a pri destilácii čistého fenolu možno následne zaviesť do krakovacej kolóny, v ktorej sa zvyšky spracujú a jedna časť fenolu sa izoluje. Tieto izolované produkty možno opäť zaviesť do uhľovodíkovej kolóny.

EP 0 032 255 (UOP) Popisuje spôsob spracovania štiepneho produktu, pri ktorom sa organická časť v podstate neutralizovaného (pH približne 6) štiepneho produktu opäť prepláchnie vodou a následne sa získaná organická časť premiestni do kolóny určenej pre získanie surového acetónu, v ktorej dôjde k oddeleniu surového acetónu od ostávajúceho štiepneho produktu. Zvyšok, ktorý zostane v päte kolóny, sa priamo premiestni do kuménovej kolóny v ktorej päte sa produkuje surový fenol, ktorý sa vedie do následnej purifikačnej destilačnej kolóny. Zmes odobratá z hlavy kuménovej kolóny, ktorá obsahuje v podstate AMS, kumén a vodu, sa premiestni do nádoby pre separáciu fáz, v ktorej dôjde k separácii vodnej fázy. Výsledná organická fáza sa premiestni do kolóny na premývanie, v ktorej sa na organickú zmes pôsobí

roztokom hydroxidu sodného za účelom odstránenia všetkého fenolového podielu zo zmesi AMS a kuménu vo forme fenoxidu sodného. Zmes AMS a kuménu, ktorá je zbavená fenolu, sa zavedie do hlavy kolóny určenej pre hydrogenáciu.

V US 4 262 150 (UOP) je použitá rovnaká sústava kolóny ako v EP 0 032 255 (UOP). Od EP 0 032 255 sa líši iba tým, že pre neutralizáciu štiepneho produktu je namiesto jednej alebo viacej kombinácií mixérov a zariadení roztok fázovou separáciou použitá extrakčná kolóna.

US 3 322 651 (UOP) Popisuje použitie zlúčenín dusíka, najmä amínov, pri purifikácii fenolu získaného pri štiepení CHP.

US 5 510 543 (GE) Popisuje spôsob spracovania produktu štiepenia CHP, pri ktorom sa pH hodnota štiepneho produktu nastaví v neutralizátore pridaním bázy, najmä roztoku hydroxidu sodného, na 4,0 až 4,9. V neutralizátore sa štiepny produkt rozdelí na vodnú a organickú fázu. Organická fáza sa premiestni do kolóny zakončenej deliacou kolónou, v ktorej sa štiepny produkt separuje destiláciou na frakciu bohatú na acetón a frakciu bohatú na fenol. Frakcia bohatá na fenol sa odoberie z päty kolóny a zavedie do kolóny pre čistenie fenolu, kde môže podstúpiť jednu alebo viacej ďalších destilácií. Frakcia bohatá na acetón sa odoberie z hlavy kolóny a zavedie do acetónovej kolóny, pričom do tejto frakcie sa pred zavedením do kolóny pridá zásada v množstve, ktoré nastaví pH hodnotu frakcie približne na 9, čím sa neutralizujú organické kyseliny, ktoré sú taktiež v tejto frakcii prítomné. Zmes odobratá z päty kolóny, ktorá obsahuje okrem vody taktiež uhľovodíky a soli organických kyselín, sa premiestni do zariadení pre separáciu fáz, v ktorom sa táto zmes separuje na organickú a vodnú fázu.

Organickú fázu možno opäť spracovať za účelom získania kuménu.

Ďalej boli vyvinuté postupy, u ktorých sa jednotlivé frakcie získané pri spracovaní štiepneho produktu destiláciou upravujú špecifickým spôsobom. US 5 487 816 (UOP) Teda popisuje spôsob separácie AMS zo zmesi, ktorá obsahuje fenol, AMS a vodu a ktorá sa získa z päty kolóny určenej pre získanie surového acetónu. Kolóna pre získanie surového acetónu sa v tomto prípade obsluhuje tak, že sa kumén odoberá zo štiepneho produktu v hlave kolóny spoločne s acetónom. Zmes obsahujúca AMS a fenol sa v kolóne separuje tak, že sa v päte kolóny produkuje prevážne fenol, ktorý môže byť ďalej spracúvaný, a z hlavy kolóny sa odoberá zmes AMS, vody a malého množstva fenolu, ktorá sa kondenzuje a jej pH hodnota sa nastaví pridaním zásaditého reakčného činidla na hodnotu vyššiu ako 6. Tým sa dosiahne v podstate stavu, kedy je fenol prítomný takmer výhradne vo vodnej fáze, zatiaľ čo AMS je prítomný v organickej fáze, ktorá obsahuje ako nečistoty iba veľmi malé množstvo fenolu. Obe fázy sa vzájomne separujú pomocou zariadenia pre separáciu fáz. Organickú fázu možno zaviesť do hydrogenačnej kolóny, zatiaľ čo vodnú fázu možno zaviesť späť do kolóny pre získanie surového acetónu vo forme refluxu.

V US 4 370 205 (UOP) prúd odobratý z päty kolóny pre získanie surového acetónu taktiež ďalej obsahuje, na rozdiel od spôsobu popísaného v US 5 487 816 (UOP), kumén. V porovnaní s týmto stavom techniky bola navrhnutá odlišná sústava kolón. Použili sa v podstate dve kolóny pracujúce za v podstate rovnakých podmienok, u ktorých bol produktom odoberaným z päty kolóny prevážne fenol, zatiaľ čo z hlavy kolóny sa odoberali prevážne AMS a kumén. Surový fenol odoberaný z päty prvej kolóny sa zavádzal do ďalších spracovateľských krokov a surový fenol odoberaný z päty druhej kolóny sa zavádzal späť do prvej kolóny. Produkt odoberaný z hlavy druhej kolóny sa v kolóne na

premývanie ošetril roztokom hydroxidu sodného. Produkt odoberaný z hlavy tejto kolóny, ktorý obsahuje AMS a kumén, môže byť zavádzaný do hydrogenačnej kolóny.

Podľa US 4 251 325 (BP Chemicals) je spracúvanie frakcie, ktorá bola zbavená produktov s nízkou teplotou varu a acetónu, optimalizované tak, že kuménová kolóna pracuje spôsobom, pri ktorom sa z hlavy kolóny odoberá zmes obsahujúca kumén, AMS a hydroxyacetón, pričom posledný menovaný je v podstate celkom zbavený zvyškového surového fenolu a nemusí tak podstupovať zložitú separáciu počas spracovania fenolu.

US 4 333 801 (UOP) Popisuje spracovanie frakcie, ktorá obsahuje AMS, kumén, fenol, vodu a prímеси, akou je napríklad hydroxyacetón. Tento spôsob sa zameriava najmä na oddelení frakcie AMS a kuménu, ktorá má veľmi nízku koncentráciu fenolu, z celkovej frakcie. Toho sa dosahuje spôsobom, kedy je kuménová kolóna riadená tak, že sa zmes kuménu a AMS odoberá z hlavy kolóny, nechá kondenzovať a vedie do nádoby pre separáciu fáz. Tu sa odstráni všetka prípadná voda. Časť organickej fázy sa zavedie späť do hlavy kolóny vo forme refluxu. Ďalšia časť organickej fázy sa zavedie do zariadenia na premývanie, v ktorom sa z fázy odstráni všetky fenolové zvyšky, ktoré by mohli interferovať s hydrogenáciou a takto ošetrenú fázú možno následne zaviesť do hydrogenačného zariadenia. Z bočného prúdu kuménovej kolóny je odobratá frakcia obsahujúca AMS a kumén a azeotropná zmes vody a fenolu, pričom táto frakcia sa nechá taktiež kondenzovať a prevedie do nádoby pre separáciu fáz. Vodná fáza, ktorá môže obsahovať fenol, sa vedie do spracovateľského kroku. Organická fáza, ktorá obsahuje kumén, AMS a tiež množstvo fenolu, ktoré zostane v organickej fáze po dosiahnutí fázovej rovnováhy medzi organickou a vodnou fázou, sa odparí a v tomto plynnom stave zavedie späť do kuménovej kolóny v mieste ležiacom nad

miestom odberu bočného prúdu. Surová fenolová frakcia sa odoberá z päty kolóny.

Ďalší spôsob je popísaný v US 5 064 507 (Allied). U tohoto spôsobu sa štiepny produkt najskôr oddelí od surového acetónu v kolóne pre získanie surového acetónu. Produkt odobratý z päty kolóny sa prevedie do kuménovej kolóny, z ktorej sa zo štiepneho produktu izolujú kumén a AMS. Kolóna jednako len pracuje tak, že určitá časť AMS ešte zostane v produkte odobratom z päty kolóny, pretože je potreba ako reakčný partner alebo rozpúšťadlo pri ďalšom spracovaní fenolu, ktoré má odstrániť MBF a ďalšie prímеси. Tento produkt odobratý z päty kolóny je uvedený do reakcie s amínom, výhodne hexametyléndiamínom, v reaktore, ktorý má kontinuálne prietokové charakteristiky ("plug flow") pre prevedenie karbonylových prímеси, napríklad acetolu (hydroxyacetón, HA) alebo MO, na zlúčeniny s vyššou teplotou varu. Takto ošetrený produkt sa ďalej spracúva destiláciou. Pre získanie čistého fenolu ako finálneho produktu musí byť prúd vedený cez ďalšie štyri kolóny a dve reakčné zóny.

US 5 131 984 (Allied) Popisuje destilačné spracovanie surového fenolu, ktorý bol izolovaný z fázy tvorenej prevážne acetónom, kuménom a AMS. Tento surový fenol sa spracuje vo vákuovej destilačnej kolóne tak, že sa plynná zmes, ktorá obsahuje fenol a podiely s nízkou teplotou varu, odoberie z hlavy kolóny. Táto zmes sa zavedie do kondenzátora, v ktorom prevážna časť plynnej zmesi skondenzuje. Skondenzovaná časť zmesi sa zavedie späť do kolóny a v tomto prípade je čistota fenolu odobratého vo forme produktu ovplyvnená tým, ak sa kondenzát vedie späť do kolóny cez hlavu kolóny alebo v mieste ležiacom pod hlavou kolóny. Plynná časť, ktorá okrem iného obsahuje zlúčeninu s nízkou teplotou varu a kyseliny, sa za účelom ďalšieho spracúvania zavedie napríklad do ďalšej

destilačnej kolóny. Frakcia obsahujúca fenol, ktorú možno ďalej spracovať, sa z vákuovej destilačnej kolóny odoberie cez odberové miesto v bočnom prúde, ktoré sa nachádza aspoň o jeden teoretický stupeň pod hlavou kolóny.

Podobný spôsob je popísaný v US 5 122 234 (Allied) s tým rozdielom, že sa do kolóny ďalej vedie voda a z hlavy kolóny sa odoberá zmes prevážne tvorená vodou a fenolom, ktorá sa nechá čiastočne skondenzovať a vracia späť do kolóny.

Všetky známe spôsoby destilačného spracúvania štiepneho produktu sú relatívne zložité, pretože pre separáciu hlavných zložiek štiepneho produktu na tri hlavné frakcie, t.j. surový acetón, AMS/kumén a surový fenol, je potreba dvoch samostatných destilačných kolón. Navyše spracúvanie hlavných frakcií, ktorého cieľom je odstránenie nežiadúcich vedľajších produktov, napríklad vody, vyžaduje väčšie prístrojové vybavenie. Všetky v súčasnosti využívané spôsoby majú relatívne vysokú energetickú náročnosť, najmä vysokú spotrebu pary. Vzhľadom na to, že výroba fenolu predstavuje niekoľko miliónov ton ročne, môžu byť aj malé úspory nákladov na energiu alebo kapitálových nákladov významné pre schopnosť konkurencie tohoto procesu.

Cieľom vynálezu je teda poskytnutie destilačného spôsobu spracovania produktu štiepenia kuménhydroperoxidu, pomocou ktorého možno pri malej energetickej náročnosti a nízkych požiadavkách na vybavenie vzájomne separovať hlavné produkty, akými sú acetón, kumén/AMS a fenol, a súčasne ich zbaviť nežiadúcich vedľajších produktov.

Podstata vynálezu

S prekvapením sa zistilo, že separáciou štiepneho produktu destiláciou na tri hlavné frakcie v jedinom destilačnom kroku možno účinne vzájomne separovať hlavné produkty pri nižšej energetickej spotrebe a nižších požiadavkách na vybavenie, ako je tomu u bežne využívaných spôsobov, a taktiež sa zjednoduší odstránenie nežiadúcich vedľajších produktov.

Vynález sa teda týka spôsobu spracovania štiepneho produktu získaného pri štiepení alkylarylhydroperoxidov destiláciou, ktorá zahŕňa separáciu štiepneho produktu do aspoň troch frakcií v jedinom destilačnom kroku.

Vynález sa taktiež týka destilačnej kolóny pre destilačnú separáciu zmesí získaných štiepením kuménhydroperoxidu, ktorej rozmery sú také, že frakcia surového acetónu obsahujúca aspoň 75 % hmotn. acetónu môže byť odoberaná z hlavy kolóny, frakcia surového fenolu obsahujúca aspoň 75 % hmotn. fenolu môže byť odoberaná z päty kolóny a frakcia, ktorá obsahuje aspoň hydroxyacetón a kumén a/alebo α -metylstyren, môže byť odoberaná z boku kolóny.

Vynález sa taktiež týka spôsobu prípravy fenolu a acetónu, ktorý zahŕňa nasledujúce kroky:

- oxidáciu kuménu na kuménhydroperoxid
- štiepenie kuménhydroperoxidu
- destilačné spracovanie zmesi vznikajúcej pri štiepení kuménhydroperoxidu, ktoré zahŕňa izoláciu tejto zmesi do aspoň troch frakcií v jedinom destilačnom kroku.

Vynález sa taktiež týka fenolu, ktorý sa získa pri použití spôsobu podľa vynálezu.

Vynález sa taktiež týka acetónu, ktorý sa získa pri použití spôsobu podľa vynálezu.

Výhodou spôsobu podľa vynálezu je to, že separačné kroky zvolené pre destiláciu podstatne zjednoduší ďalšie spracovanie zmesi štiepných produktov alebo jednotlivých frakcií, ktoré sa z tejto zmesi štiepných produktov získajú. Najmä kombinované odstránenie hydroxyacetónu, AMS a kuménu zo zvyšku zmesi štiepných produktov obsahujúceho fenol výrazne zjednoduší spracovanie tohoto zvyšku, pretože sa eliminujú kroky, ktoré sa uskutočňujú u bežných spôsobov, kedy vo frakcii bohatej na fenol zostáva hydroxyacetón, ktorý sa odstraňuje uvedením do reakcie s fenolom, kedy sa tvoria zlúčeniny s vyššou teplotou varu ako má fenol, ktoré možno následne od fenolu oddeliť destiláciou, a pretože vyžaduje nižšiu spotrebu pary pri separačných krokoch.

V porovnaní s bežnými postupmi má spôsob podľa vynálezu podstatne priaznivejšiu energetickú vyváženosť a v porovnaní so spôsobmi, u ktorých sa hydroxyacetón odstraňuje z procesu uvedením do reakcie s fenolom, má taktiež vyšší celkový výťažok fenolu, vztiahnutý k obsahu fenolu vo zmesi štiepných produktov. Bežný postup má relatívne vysoké nároky na spotrebu energie. Okrem toho sa výťažok fenolu u bežných postupov znižuje v dôsledku reakcie s hydroxyacetónom, ktorá odčerpáva fenol. Navyše je treba u bežných spôsobov pridávať drahé chemikálie, napríklad amíny, pričom tieto chemikálie alebo ich reakčné produkty musia byť z procesu následne odstránené, spravidla náročným spôsobom.

Spôsob podľa vynálezu, ktorý tento problém eliminuje izoláciou hydroxyacetónu zo zmesi štiepnych produktov spoločne s kuménom, taktiež vyžaduje podstatne menšie vybavenie, pretože separácia zmesi štiepnych produktov do troch frakcií v jedinom destilačnom kroku znižuje nielen počet požadovaných destilačných kolón ale taktiež počet destilačných prístrojov, ktoré sú potreba pre zníženie obsahu rôznych vedľajších produktov v izolovaných frakciách.

V závislosti od spôsobu realizácie jednotlivých prevádzkových krokov, tzn. oxidácie, štiepenia s prípadným následným ohrevom a hydrogenáciou, možno výrazne znížiť spotrebu pary v celom procese na kilogram fenolu vyrobeného spôsobom podľa vynálezu, v porovnaní s bežnými spôsobmi, u ktorých spotreba robí 3,2 kg pary na 1 kg fenolu (čerpané z: Phenol/Acetone/Cumene, 96/97-2, Chem Systems, 303 South Broadway, New York 10591). Spôsobom podľa vynálezu možno výrazne znížiť energetickú spotrebu pri príprave fenolu, ktorý je v každom prípade vhodný pre prípravu bisfenolu A. V závislosti od spôsobu, ktorým sa jednotlivé vyššie uvedené prevádzkové kroky uskutočňujú, možno taktiež výrazne zvýšiť výťažok fenolu, vzťahnuté k množstvu použitého kuménu, v porovnaní so spôsobmi, u ktorých HA reaguje s fenolom za vzniku zlúčenín s vysokou teplotou varu.

Pre účely vynálezu je celkový počet etáží v kolóne definovaný ako stopercentný separačný potenciál nezávisle od počtu etáží, čím sa umožní v prípade kolón, ktoré majú rôzne počty etáží, špecifikovať rozmedzí, v ktorom sa podobný separačný potenciál nachádza. Päta kolóny, tzn. oblasť pod prvou etážou, má teda 0 % separačný potenciál.

Hlava kolóny, tzn. oblasť nad najvyššou etážou, má podľa tejto definície 100% separačný potenciál. Podľa tejto definície má teda kolóna s päťdesiatimi etážami 30% separačný potenciál v oblasti pätnástej etáže.

Spôsob podľa vynálezu možno použiť pre destilačné spracovanie zmesí látok produkovaných ako zmesi štiepných produktov pri štiepení alkylarylhydroperoxidov, najmä pri štiepení kuménhydroperoxidu na acetón a fenol. Zmes štiepných produktov možno získať homogénnou alebo heterogénnou katalýzou. Výhodne sa spôsob podľa vynálezu použije u zmesi štiepných produktov, ktoré sa získajú homogénnym kyselinou katalyzovaným štiepením. Bežne používaným kyselinovým homogénnym katalyzátorom je kyselina sírová. Alkylarylhydroperoxydy možno pripravovať rôznymi chemickými odborníkmi známymi spôsobmi. Jednako len výhodne sa spôsob podľa vynálezu použije na zmesi štiepných produktov, ktoré pochádzajú zo štiepenia alkylarylhydroperoxidov, najmä zo štiepenia kuménhydroperoxidu (CHP), ktoré sa získali fenolovou syntézou podľa Hocka [Hock, S. Lang, Ber. Dtsch. Chem. Ges. 77B, 257(1944)]. Spôsob podľa vynálezu možno zjavne taktiež aplikovať na zmesi štiepných produktov, ktoré sa získajú spôsobmi odvodenými z Hockovho postupu, najmä pokiaľ ide o prevádzkové kroky oxidácie a štiepenia.

V prípade použitia kyseliny ako katalyzátora pre štiepenie alkylarylhydroperoxidov, najmä CHP, sa pH hodnota zmesi štiepných produktov pred destilačným spracovaním spravidla nastaví na pH 3 až pH 10, výhodne na pH 4 až pH 7. Tejto pH hodnoty sa dosiahne v danom odbore známym spôsobom, čo je pridanie zásady do zmesi štiepných produktov. Zásadou môže byť, v závislosti od prevádzkových podmienok, vedľajší produkt celého procesu, napríklad fenoxidový lúh, alkalický roztok na premývanie, ktorý vniká napríklad počas premývania acetónom,

anorganická báza, napríklad roztok hydroxidu sodného, hydroxid sodný, amoniak alebo hydroxid amónny, alebo organická báza, napríklad amín alebo diamín, najmä hexametyléndiamín.

Hodnotu pH možno taktiež nastaviť použitím ionexových živíc pred destilačným spracovaním. Tieto živice a ich použitie sú odborníkom v danom odbore známe.

V dôsledku štiepnej reakcie ale taktiež v dôsledku pridania katalyzátora alebo neutralizačného činidla zmesi štiepných produktov spravidla obsahujú určité množstvo vody. Túto vodu možno odstrániť odborníkom v danom odbore známym spôsobom pred zavedením zmesi štiepných produktov do spôsobu podľa vynálezu, pridaním ďalšej vody alebo odstránením vodnej fázy zo zmesi štiepných produktov. Výhodne sa vodná fáza odstraňuje zo zmesi štiepných produktov v aspoň jednom zariadení pre separáciu fáz, napríklad v deliacej nádobe ("coalescer"). Zvlášť výhodné je, pokiaľ má zmes štiepných produktov, ktorá má byť spracovaná destiláciou, za použitia spôsobu podľa vynálezu, obsah vody 1 % hmotn. až 14 % hmotn., výhodne 6 % hmotn. až 10 % hmotn.

V dôsledku neutralizácie alebo vďaka použitiu prevádzkových prúdov obsahujúcich soľ môže zmes štiepných produktov obsahovať soli, najmä sodné soli, alebo organické amóniové soli. Spravidla sa tieto soli odstráni pri oddelení vodnej fázy, ktorá ich obsahuje, od organickej časti zmesi štiepných produktov. Pre uskutočnení spôsobu podľa vynálezu je výhodné (z dôvodu obmedzenia soľných usadenín na tepelných výmenníkoch a zanášania), pokiaľ sa zmes štiepných produktov pred destilačným spracovaním podľa vynálezu ošetrí v danom odbore známym spôsobom tak, aby obsah iónových solí poklesol pod 200 mg/l, výhodne pod 50 ml/l.

Spôsob podľa vynálezu, ktorý bude popísaný ďalej ako príklad destilačného spracovania zmesi štiepných produktov produkované homogénnou kyselinou katalyzovaným štiepením CHP, je iba ilustratívnym príkladom uskutočnenia spôsobu podľa vynálezu.

Táto zmes štiepných produktov môže v závislosti od spôsobu realizácie prevádzkových krokov oxidácie, štiepenia s prípadným následným ohrevom, neutralizácie a/alebo fázovej separácie na vodnú a organickú fázu, vedľa vody a hlavných produktov, ktorými sú fenol a acetón, a východzieho materiálu, ktorým je počas oxidácie nezreagovaný kumén, taktiež obsahovať rôzne vedľajšie produkty, akými sú napríklad α -metylstyren (AMS), acetofenón, hydroxyacetón (HA), fenylbutény, 3-metylcyklopentán, dimetylfenylkarbinol (DMPC), metylbenzofurán (MBF), mezityloxid (MO) a ďalšie karbonylové zlúčeniny, napríklad hexanón, heptanón a 2-fenylpropionaldehyd. Výhodne zmes štiepných produktov obsahuje aspoň 20 % hmotn. až 70 % hmotn. fenolu, 15 % hmotn. až 45 % hmotn. acetónu, 5 % hmotn. až 30 % hmotn. kuménu, 1 % hmotn. až 5 % hmotn. AMS a 200 mg/l až 5 % hmotn. HA.

Podľa vynálezu sa zmes štiepných produktov rozdelí do aspoň troch frakcií v jedinom destilačnom kroku. Toho sa výhodne dosiahne prenosom zmesi štiepných produktov do destilačného zariadení, výhodne destilačnej kolóny, ktorej rozmery sú také, že umožňujú rozdelenie zmesi štiepných produktov do troch frakcií.

Zvlášť výhodné je, pokiaľ sa zmes štiepných produktov rozdelí do troch frakcií, takže aspoň jedna frakcia obsahuje aspoň 75 %, výhodne 95 %, ketónu prítomného vo štiepnom produkte pred destilačným krokom. Pokiaľ je použitou zmesou štiepných produktov zmes získaná štiepením CHP, potom je týmto

ketónom acetón. Výhodne sa získa aspoň jedna druhá frakcia, ktorá obsahuje aspoň 75 %, výhodne aspoň 95 %, substituovaného a/alebo nesubstituovaného fenolu prítomného vo štiepnom produkte pred destilačným krokom.

Tretia frakcia získaná pri destilačnom spracovaní zmesi štiepných produktov spôsobom podľa vynálezu výhodne obsahuje aspoň 75 %, zvlášť výhodne aspoň 95 %, benzénu substituovaného jednou, dvomi a/alebo tromi alkylovými skupinami prítomného vo štiepnom produkte pred destilačným krokom. V prípade destilačného spracovania zmesi štiepných produktov získanej pri štiepení CHP táto tretia frakcia výhodne obsahuje aspoň 75 %, zvlášť výhodne aspoň 95 %, kuménu prítomného vo štiepnom produkte pred destilačným krokom a aspoň 75 %, zvlášť výhodne aspoň 95 %, α -metylstyrénu prítomného vo štiepnom produkte pred destilačným krokom.

Prvá frakcia, ktorá obsahuje ketón alebo acetón sa výhodne odvádza z hlavy destilačnej kolóny. Druhá frakcia, ktorá obsahuje substituovaný alebo nesubstituovaný fenol sa výhodne odoberá z päty kolóny. Tretia frakcia, ktorá obsahuje nezreagovaný benzén substituovaný jednou, dvomi alebo tromi alkylovými skupinami, ktorý sa použil pri oxidácii, a pri príprave fenolu je týmto benzénom kumén, sa odoberá z bočného prúdu destilačnej kolóny. Výhodne je miesto odberu tejto tretej frakcie umiestnenej nad miestom, ktorým sa do kolóny vedie zmes štiepných produktov a ktoré sa taktiež nachádza na strane kolóny.

Spôsob destilačného spracovania podľa vynálezu sa výhodne uskutočňuje tak, že teplota päty kolóny dosahuje 140 °C až 200 °C, zvlášť výhodne 170 °C až 190 °C. Teplota hlavy kolóny sa výhodne pohybuje v rozmedzí od 30 °C do 90 °C, zvlášť výhodne od 38 °C do 58 °C. Teplota vnútri kolóny v oblasti odberového

miesta bočného prúdu sa výhodne pohybuje od 60 °C do 120 °C a zvlášť výhodne od 65 °C do 90 °C.

Môže byť výhodné spätné vedenie časti získaných troch frakcií odoberaných z hlavy kolóny, z päty kolóny a/alebo z bočného prúdu do destilačnej kolóny vo forme refluxu.

Časť odoberaná z päty kolóny, ktorá sa vedie späť do destilačnej kolóny, je výhodne ohrievaná tepelným výmenníkom, pričom v tomto prípade možno ako tepelné médium použiť paru alebo prevádzkový prúd majúci dostatočnú tepelnú energiu. Recyklačný pomer definovaný ako množstvo produktu odobratého z päty kolóny a recyklovaného vo forme pary, ktoré je vydelené množstvom produktu odoberaného z päty kolóny a odvádzaného z destilačnej kolóny, výhodne dosahuje hodnoty 0 až 10.

Reflux produktu odoberaného z hlavy kolóny vo forme pary sa výhodne kondenzuje pomocou tepelného výmenníka a vo forme kvapaliny vracia späť do destilačnej kolóny. Refluxný pomer definovaný ako množstvo produktu odoberaného z hlavy kolóny a recyklovaného vo forme kvapaliny, ktoré je vydelené množstvom produktu odoberaného z hlavy kolóny a odvádzaného z destilačnej kolóny, výhodne dosahuje hodnoty 0,2 až 20 a zvlášť výhodne 2 až 4.

V prípade frakcie odoberanej z bočného prúdu, ktorá môže obsahovať vodu a môže byť rozdelená do dvoch fáz v zariadení pre fázovú separáciu môže byť výhodná recyklácia organickej časti tejto frakcie, vodnej časti tejto frakcie alebo zmesi organickej a vodnej časti vo forme refluxu. Zvlášť výhodné je, pokiaľ sa vodná časť a organická časť tejto frakcie recyklujú do destilačnej kolóny samostatne. Refluxný pomer, vzťahnutý k množstvu recyklovanej vody a množstvu odoberanej vody, dosahuje výhodne 0,2 až 3 a zvlášť výhodne 0,4 až 2. Voda,

ktorá sa vedie späť do kolóny, sa môže viesť v kvapalnej forme alebo v plynnom stave, pričom výhodná je kvapalná forma. Refluxný pomer vzťahnutý na množstvo recyklovanej organickej fázy a množstvo odoberanej organickej fázy dosahuje výhodne 0,1 až 10 a zvlášť výhodne 0,5 až 5. Zvyšok organickej časti tejto tretej frakcie získanej v zariadení pre separáciu fáz sa odvádza k ďalšiemu spracovaniu, ako je tomu u frakcie odoberanej z hlavy a z päty destilačnej kolóny. Zvyšok vodnej časti tretej frakcie získanej zo zariadenia pre separáciu fáz sa odvádza k ďalšiemu spracovaniu alebo sa likviduje.

Jednako len taktiež môže byť výhodné viesť časť vody poskytnutej pre spracúvanie alebo pre likvidáciu späť do kolóny v plynnom stave za použitia tepelného výmenníka. Materiál sa výhodne vedie do miesta, ktoré leží pod miestom vedenia štiepneho produktu do destilačnej kolóny.

Ďalšie spracúvanie týchto troch frakcií získaných v prvom destilačnom kroku sa výhodne uskutočňuje ako destilačné spracúvanie a môže byť realizované spôsobom, ktorý bol už popísaný v odseku doterajšieho stavu techniky. Spracúvanie možno uskutočňovať spôsobom, ktorý je konkrétne prispôsobený zloženiu jednotlivých frakcií. V závislosti od realizácie spôsobu podľa vynálezu môžu byť v druhej a/alebo tretej frakcii prítomné interferujúce prímеси, najmä hydroxyketóny. Pokiaľ sú hydroxyketóny, napríklad hydroxyacetón, prítomné v druhej frakcii, potom možno túto frakciu oddeliť, napríklad od fenolu, rôznymi postupmi popísanými v doterajšom stave techniky.

U zvlášť výhodného uskutočnenia spôsobu podľa vynálezu sa toto uskutočňuje tak, aby tretia frakcia podľa vynálezu obsahovala aspoň 20 %, výhodne aspoň 50 % a zvlášť výhodne aspoň 90 %, hydroxyketónov prítomných vo štiepnom produkte

pred destilačným krokom. V prípade destilačného spracúvania zmesi štiepných produktov získanej štiepením CHP táto tretia frakcia výhodne obsahuje aspoň 90 % hydroxyacetónu prítomného vo štiepnom produkte pred destilačným krokom.

Výhodou tohoto typu uskutočňovania spôsobu podľa vynálezu je skutočnosť, že sa hydroxyacetón, ktorý je prítomný v tretej frakcii, akumuluje vo vode tejto frakcie. Hydroxyacetón prevažne prechádza do vodnej fázy v zariadení pre separáciu fáz a môže tak byť jednoducho vylúčený z procesu spoločne s vodnou časťou tretej frakcie. Vodná fáza výhodne obsahuje aspoň 75 %, zvlášť výhodne 95 % a ešte výhodnejšie 98 % hydroxyacetónu prítomného v tretej frakcii obsahujúcej kumén a/alebo AMS.

Môže byť výhodné, pokiaľ sa zmes štiepných produktov rozdelí nie do troch hlavných frakcií, ako bolo popísané vyššie, ale aspoň do štyroch hlavných frakcií. Takáto štvrtá frakcia môže byť odoberaná z ďalšieho bočného prúdu, ktorý sa nachádza nad odberovým miestom bočného prúdu, ktorým sa odoberá tretia frakcia obsahujúca kumén, a súčasne pod hlavou kolóny a /alebo môže byť odoberaná z ďalšieho bočného prúdu v mieste, ktoré sa nachádza pod miestom vedenia zmesi štiepných produktov do kolóny a súčasne nad pätou kolóny, a obsahuje aspoň jednu organickú kyselinu. Ako organickú kyselinu môže táto štvrtá frakcia napríklad obsahovať kyselinu octovú, kyselinu oxálovú, kyselinu mravčiu alebo kyselinu butyrovú alebo zmes zostávajú z aspoň jednej z týchto kyselín. Výhodne možno tieto frakcie obsahujúce aspoň jednu kyselinu viesť do destilačnej kolóny pred neutralizáciou. Výhodné môže byť poskytnutie množiny takých bočných odberových miest, ktoré budú schopné poskytovať frakcie obsahujúce kyseliny s rôznymi teplotami varu.

U ďalšieho zvlášť výhodného typu uskutočňovania spôsobu podľa vynálezu sa prvá frakcia, ktorá v prípade CHP štiepenia obsahuje aspoň 75 % acetónu prítomného v zmesi štiepných produktov pred destilačným spracovaním, prevedie do acetónovej kolóny, výhodne v parnom stave a výhodne bokom kolóny. U tohoto typu kolóny je acetón zbavovaný nečistôt v rozsahu, ktorý splňuje požiadavky kladené na čistý acetón (splňuje manganistanový test špecifikovaný v ASTM D 1363-94). Prímеси prítomné v surovom acetóne pred vstupom do acetónovej kolóny sú v podstate tvorené acetaldehydom, čo je zlúčenina, ktorá má nižšiu teplotu varu ako acetón, a zlúčeninami, ktoré majú vyššiu teplotu varu ako acetón.

Aby došlo k odstráneniu nečistôt, musí byť acetónová kolóna navrhnutá tak, aby bolo možné čistý acetón prevážne odoberať bočným odberovým miestom a frakcia, v ktorej sa zhromažďuje acetaldehyd môže byť odoberaná z hlavy kolóny. Časť tejto frakcie môže byť vedená späť, priamo do acetónovej kolóny, a v tomto prípade možno použiť tepelný výmenník, ktorý čiastočne alebo celkom skondenzuje frakciu bohatú na acetaldehyd. Refluxný pomer definovaný ako množstvo refluxu v hlave kolóny, ktoré je vydelené množstvom bočného prúdu, sa výhodne pohybuje v rozmedzí 0,1 až 1000. Zvlášť výhodné je, pokiaľ sa časť alebo celá frakcia bohatá na acetaldehyd prevedie do reakčného zariadenia, v ktorom sa uvedie do kontaktu s reakčným činidlom, ktoré má zásadité vlastnosti, výhodne s roztokom hydroxidu sodného zvlášť výhodne s 5% až 20% roztokom hydroxidu sodného, pričom aj v tomto prípade možno použiť tepelný výmenník, pomocou ktorého možno frakciu bohatú na acetaldehyd čiastočne alebo celkom skondenzovať. Teplota v tomto reakčnom zariadení sa výhodne pohybuje od 20 °C do 60 °C. Tlak v tomto reakčnom zariadení dosahuje výhodne 0,01 MPa až 0,2 MPa. V tomto reakčnom zariadení reaguje acetaldehyd vďaka zásaditej katalýze v aldolovej kondenzačnej

reakcii, a to buď sám so sebou za vzniku 3-hydroxybutyraldehydu (acetaldol) alebo s acetónom za vzniku hydroxypentanónu. Acetaldol a hydroxypentanón majú vyššiu teplotu varu ako acetón. Reakčná zmes sa z tohoto reakčného zariadenia vedie bočným výstupom späť do acetónovej kolóny. Ďalšia časť produktu odoberaného z hlavy acetónovej kolóny možno priamo vyradiť z tohoto procesu a zaviesť do ďalšieho spracovateľského alebo tepelného zariadenia.

Z päty acetónovej kolóny sa odoberá zmes zlúčenín, ktoré majú vyššiu teplotu varu ako acetón. Tento produkt odoberaný z päty kolóny môže okrem iného obsahovať malé množstvo kuménu a/alebo AMS, ktoré sa prevedú do acetónovej kolóny z prvej destilačnej kolóny spoločne s prvou frakciou, a ďalej zlúčeniny z reakčného zariadení, najmä roztok hydroxidu sodného alebo vodu a sekundárne produkty acetaldehydu vznikajúce aldolovými kondenzačnými reakciami, napríklad acetaldol. Výhodná môže byť recyklácia častíc produktu odoberaného z päty kolóny v parnom stave. Výhodne sa recyklačný pomer pohybuje od 0,2 do 400. Zvyšok produktu odoberaný z päty kolóny možno ďalej spracovávať alebo použiť. Ako zvlášť výhodné sa javí izolovanie zvyškov kuménu a/alebo AMS z produktu odobratého z päty kolóny tým, že sa tento produkt alebo jeho časť zavedie do kuménovej kolóny.

Acetónová kolóna výhodne pracuje tak, že sa v hlave kolóny nastaví teplota 30 °C až 60 °C a v päte kolóny sa výhodne nastaví teplota 40 °C až 110 °C a zvlášť výhodne 50 °C až 80 °C. Teplota v acetónovej kolóne, v mieste bočného odberu, ktorým sa odoberá čistý acetón, sa výhodne pohybuje od 30 °C do 60 °C. Acetónová kolóna má výhodne 10 až 120 teoretických etáží. Bočné odberové miesto, z ktorého sa odoberá čistý acetón, sa výhodne nachádza v oblasti kolóny, ktorá má separačný potenciál 80 % až 99 %, výhodne 90 % až 95 %. Surový

acetón, tzn. prvá frakcia z prvej destilačnej kolóny, sa výhodne vedie do oblasti acetónovej kolóny, ktorá má separačný potenciál 0 % až 30 %. Reakčná zmes sa z reakčného zariadenia výhodne vedie do oblasti acetónovej kolóny, ktorá má separačný potenciál 0 % až 30 %.

Organická časť tretej frakcie zo zariadenia pre separáciu fáz sa prevedie do kuménovej kolóny. Táto kolóna má výhodne rozmery, ktoré umožňujú zlúčeniny s nižšou teplotou varu ako kumén a/alebo AMS, napríklad vodu alebo acetaldol, odvádzať z hlavy kolóny a zlúčeniny, ktoré majú teplotu varu vyššiu ako AMS a kumén, odvádzať z päty kolóny, pričom kumén a/alebo AMS možno odoberať z boku kolóny. Výhodne sa nielen časť produktu odoberaného z hlavy kolóny ale aj taktiež produkt odoberaný z päty kolóny vracia späť do kolóny. Zvlášť výhodne sú rozmery kuménovej kolóny a prevádzkové parametre zvolené tak, aby mohla byť zmes odoberaná z boku alebo z päty kolóny vedená priamo do hydrogenačného zariadenia.

Kuménová kolóna výhodne pracuje tak, že v hlave kolóny je nastavená teplota 40 °C až 170 °C, v päte kolóny je, výhodne nastavená teplota 110 °C až 180 °C a v mieste bočného odberového miesta, ktorým je odoberaný kumén a/alebo AMS, je výhodne nastavená teplota 110 °C až 180 °C.

Kuménová kolóna má výhodne 10 až 90 teoretických etáží. Bočné odberové miesto, ktorým sa odoberá kumén a/alebo AMS, sa výhodne nachádza v oblasti kolóny, ktorá má separačný potenciál 0 % až 50 %. Organická fáza tretej frakcie odobratej z prvej destilačnej kolóny sa výhodne vedie do oblasti kuménovej kolóny, ktorá má separačný potenciál 10 % až 80 %.

Taktiež je výhodné zvolenie kuménovej kolóny, ktorá má aspoň jedno ďalšie bočné odberové miesto usporiadané nad

bočným odberovým miestom, ktorým je z kuménovej kolóny odoberaný kumén a/alebo AMS, a súčasne pod hlavou kolóny, pričom týmto odberovým miestom môže byť odoberaná aspoň jedna ďalšia frakcia, ktorá obsahuje aspoň mezityloxid, ketóny a/alebo vodu. Poskytnutím jedného alebo viacej takých ďalších bočných odberových miest možno dosiahnuť toho, že produkt odoberaný z hlavy kuménovej kolóny môže byť v podstate tvorený čistým acetónom, ktorý je prostý mezityloxidu a ktorý môže byť ďalej spracúvaný, napríklad zavedením do acetónovej kolóny.

Druhá frakcia odoberaná z päty prvej destilačnej kolóny, tzn. frakcia surového fenolu, ktorá má obsah hydroxyacetónu nižší ako 500 mg/l, výhodne nižší ako 100 mg/l a zvlášť výhodne nižší ako 100 mg/l, sa zavedie bočným vstupom do kolóny, ktorá bude ďalej označovaná ako kolóna surového fenolu. Táto kolóna má výhodne rozmery, ktoré umožňujú z hlavy kolóny odoberať zlúčeniny, ktoré majú nižšiu teplotu varu ako fenol, napríklad zvyšky kuménu, AMS alebo acetónu, a z päty kolóny zlúčeniny, ktoré majú teplotu varu vyššiu ako fenol, pričom fenol sa odoberá z bočného odberového miesta. Výhodne sa nielen časť produktu odobratého z hlavy kolóny ale i produkt odobratý z päty kolóny surového fenolu recykluje späť do kolóny. Zvlášť výhodne sa rozmery kolóny surového fenolu a prevádzkové parametre nastavujú tak, aby mohla byť fenolová frakcia odvádzaná bočným odberovým miestom vedená do ďalšieho zariadenia, kde sa uskutoční čistenie fenolu. V prípade bočného odberového miesta môže byť taktiež výhodné recyklovanie časti frakcie odobratej z tohoto miesta do kolóny surového fenolu vo forme refluxu.

Kolóna surového fenolu výhodne pracuje tak, že v hlave kolóny je nastavená teplota 120 °C až 200 °C, výhodne 130 °C až 180 °C. Teplota päty kolóny sa výhodne pohybuje od 120 °C do 220 °C. Teplota v mieste bočného odberového miesta kolóny

surového fenolu, ktorým sa odoberá fenol, sa výhodne pohybuje od 120 °C do 190 °C a zvlášť výhodne od 140 °C do 190 °C. Kolóna surového fenolu má výhodne 10 až 70 teoretických etáží. Bočné odberové miesto, ktorým sa odoberá fenol, sa výhodne nachádza v oblasti kolóny, ktorá má separačný potenciál 30 % až 90 %. Druhá frakcia z prvej destilačnej kolóny, tzn. surový fenol, sa výhodne zavádza do oblasti kolóny surového fenolu, ktorá má separačný potenciál 0 % až 80 %.

Ako výhodná sa javí recyklácia produktu odobratého z hlavy kolóny surového fenolu do prvej destilačnej kolóny. Toto je užitočné, najmä pokiaľ produkt odobratý z hlavy surového fenolu obsahuje relatívne veľké množstvo kuménu, AMS a/alebo acetónu. Produkt odobratý z päty kolóny surového fenolu obsahujúci zlúčeniny majúce vyššiu teplotu varu ako fenol, môžu byť zavedené do ďalších destilačných a/alebo zariadení na krakovanie, kde dochádza k zvýšeniu koncentrácie týchto zlúčenín.

Aj cez výhodu krakovania, ktorou je izolácia hodnotných zlúčenín, napríklad AMS alebo fenolu, a teda zvyšovanie celkového výťažku uvedeného procesu, môže byť výhodné toto krakovanie zlúčenín s vysokou teplotou varu vypustiť, pretože požiadavky zariadenia a energetická spotreba nemusí vždy kompenzovať zvýšenie celkového výťažku.

Výhodne sa produkt odoberaný z päty kolóny surového fenolu prevádza do ďalšej destilačnej kolóny, ktorá je označená ako kolóna zlúčenín s vyššou teplotou varu. Produkt odoberaný z päty kolóny surového fenolu sa výhodne vedie bočným vstupom do kolóny zlúčenín s vyššou teplotou varu. Táto kolóna má výhodne rozmery, ktoré umožňujú odoberať z hlavy kolóny zlúčeniny s teplotou varu, ktorá leží v oblasti teploty varu fenolu, čo sú napríklad zvyšky fenolu, kuménu, AMS alebo acetónu, a z päty

kolóny zlúčeniny, ktoré majú teplotu varu výrazne vyššiu ako fenol. Výhodne sa nielen časť produktu odobratého z hlavy kolóny ale taktiež produktu odobratého z päty kolóny zlúčenín s vyššou teplotou varu recykluje späť do kolóny. Refluxný pomer produktu odobratého z hlavy kolóny je výhodne 0,5 až 20. Produkt odobratý z päty kolóny možno výhodne použiť pre krakovanie alebo pre tepelné spracovanie. Produkt odobratý z hlavy kolóny zlúčenín s vyššou teplotou varu sa výhodne vedú späť do kolóny surového fenolu.

Kolóna zlúčenín s vyššou teplotou varu výhodne pracuje tak, že sa v hlave kolóny nastaví teplota 90 °C až 180 °C. Teplota päty kolóny sa výhodne pohybuje od 120 °C do 220 °C. Kolóna zlúčenín s vyššou teplotou varu má výhodne 5 až 70 teoretických etáží. Produkt odoberaný z päty kolóny surového fenolu sa výhodne vedie do oblasti kolóny zlúčenín s vyššou teplotou varu, ktorá má separačný potenciál 40 % až 100 %.

Fenolová frakcia odoberaná z bočného odberového miesta kolóny surového fenolu môže byť za účelom ďalšieho spracovania vedená do destilačnej kolóny. Výhodne sa táto fenolová frakcia najskôr spracuje v reaktore. Spracovanie výhodne zostáva z ošetrovania kyselinovým katalyzátorom, pri ktorom sú nežiadúce vedľajšie produkty prevedené na zlúčeniny, ktorých teplota varu je vyššia alebo nižšia ako teplota varu fenolu. Zvlášť výhodné je, pokiaľ sa ako kyselinové katalyzátory použijú kyselinové iónové vymieňače.

Za účelom ďalšieho destilačného spracovania fenolovej frakcie odobratej z kolóny surového fenolu sa táto frakcia vo vopred spracovanom alebo nespracovanom stave zavedie do destilačnej kolóny, ktorá bude ďalej označovaná ako kolóna čistého fenolu. Táto kolóna má rozmery, ktoré umožnia odoberať z hlavy zlúčeniny, ktoré majú nižšiu teplotu varu ako fenoly

kuménu, AMS, acetónu a/alebo vody, a z päty kolóny zlúčeniny, ktoré majú teplotu varu vyššiu ako fenol, pričom fenol možno odoberať z bočného odberového miesta. Výhodne sa do kolóny recykluje nie len časť produktu odobratého z hlavy ale taktiež časť produktu odobratého z päty kolóny surového fenolu. Refluxný pomer definovaný ako množstvo refluxu v hlave, ktoré je vydelené množstvom v bočnom prúde, je výhodne 0,1 až 1000. Recyklačný pomer pre produkt odobieraný z päty kolóny je výhodne 0,1 až 40. Zvlášť výhodne má kolóna čistého fenolu rozmery a prevádzkové parametre nastavené tak, aby sa z bočného odberového miesta odoberala fenolová frakcia s obsahom prímiesí, ktorý je nižší ako 0,01 % hmotn. a výhodne nižší ako 0,005 % hmotn. Tento čistý fenol možno viesť do skladovacích zásobníkov alebo ho možno priamo použiť.

Kolóna čistého fenolu výhodne pracuje tak, že sa teplota v hlave kolóny nastaví na 100 °C až 190 °C. Teplota päty kolóny sa výhodne pohybuje v rozmedzí 120 °C až 210 °C. Teplota v kolóne čistého fenolu v mieste bočného odberového miesta, z ktorého je čistý fenol odobieraný, sa výhodne pohybuje v rozmedzí od 100 °C do 190 °C. Kolóna čistého fenolu má výhodne 10 až 70 teoretických etáží. Bočné odberové miesto, z ktorého sa čistý fenol odoberá, sa nachádza v oblasti kolóny, ktorá má separačný potenciál 80 % až 95 %. Fenolová frakcia z kolóny surového fenolu sa výhodne vedie do oblasti kolóny čistého fenolu, ktorá má separačný potenciál 10 % až 80 %, ale nie do oblasti kolóny, ktorá má rovnaký separačný potenciál ako oblasť, z ktorej je surový fenol odvádzaný.

Výhodná môže byť recyklácia produktu odobieraného z hlavy kolóny čistého fenolu do kolóny surového fenolu. Toto je použiteľné najmä vzhľadom k tomu, že produkt odobieraný z hlavy kolóny čistého fenolu často obsahuje kumén, AMS a/alebo acetón. Produkt odobieraný z päty kolóny čistého fenolu, ktorý

obsahuje zlúčeniny, ktoré majú vyššiu teplotu varu ako fenol, možno taktiež viesť späť do kolóny surového fenolu alebo za účelom ďalšej koncentrácie zlúčenín s vyššou teplotou varu do ďalšej destilačnej kolóny a/alebo zariadenia na krakovanie.

Spôsob podľa vynálezu možno uskutočňovať pri tlaku 0,005 MPa až 0,2 MPa. V závislosti od nastaveného tlaku, pri ktorom sa realizujú jednotlivé prevádzkové kroky, sa musia zvoliť teploty týchto prevádzkových krokov.

Spôsob podľa vynálezu možno použiť pri spôsobe prípravy fenolu a acetónu podľa vynálezu, ktorý zahŕňa nasledujúce kroky:

- oxidáciu kuménu na kuménhydroperoxid
- štiepenie kuménhydroperoxidu
- destilačné spracovanie zmesi štiepných produktov produkované pri štiepení kuménhydroperoxidu

a ktorý zahŕňa rozdelenie zmesi štiepných produktov na aspoň tri frakcie v jedinom destilačnom kroku. Týmto spôsobom podľa vynálezu možno fenol vyrábať veľmi efektívnym spôsobom, myslené v zmysle nízkej spotreby energie.

Spôsob destilačného spracovania zmesi štiepných produktov vznikajúcich pri štiepení alkylarylhydroperoxidu, a najmä pri štiepení CHP podľa vynálezu, sa výhodne uskutočňuje v destilačnej kolóne podľa vynálezu pre destilačnú separáciu zmesi štiepných produktov získaných pri štiepení kuménhydroperoxidu, pričom rozmery tejto kolóny sú také, že umožňujú odoberať frakciu surového acetónu obsahujúcu aspoň 75 % hmotn. acetónu z hlavy kolóny, frakciu surového fenolu obsahujúcu aspoň 75 % hmotn. fenolu z päty kolóny a frakciu,

ktorá obsahuje aspoň hydroxyacetón a kumén a/alebo α -metylstyrén, z boku kolóny.

Destilačná kolóna podľa vynálezu má výhodne 20 až 200 teoretických etáží, zvlášť výhodne 30 až 70 teoretických etáží. Celkový počet etáží prítomných v destilačnej kolóne je definovaný pre účely vynálezu, nezávisle od reálneho počtu etáží, ako stopercentný separačný potenciál, čo umožňuje v prípade kolón, ktoré majú rôzne počty etáží, špecifikovať oblasť, ktorá má podobný separačný potenciál. Päta kolóny, tzn. oblasť pod prvou etážou, má teda separačný potenciál 0 %. Hlava kolóny, tzn. oblasť nad najvyššou etážou, má podľa tejto definície separačný potenciál 100 %.

Destilačná kolóna podľa vynálezu má aspoň jeden prípadný vstup, ktorý sa výhodne nachádza v oblasti destilačnej kolóny so separačným potenciálom 20 % až 50 %.

Destilačná kolóna podľa vynálezu má taktiež aspoň jedno odberové miesto, ktorým môže byť z kolóny odoberaná frakcia obsahujúca aspoň jeden hydroxyketón, ktorým je v prípade štiepenia CHP hydroxyacetón, a benzén substituovaný jednou alebo viacej alkylovými skupinami, ktorým je v prípade štiepenia CHP kumén a/alebo α -metylstyrén. Výhodne je toto bočné odberové miesto inštalované v oblasti destilačnej kolóny, ktorá má separačný potenciál 15 % až 95 %, výhodne 60 % až 90 %, takže bočné odberové miesto je, v prípade, že má kolóna podľa vynálezu 50 teoretických etáží, výhodne umiestnené medzi 30. a 45. etážou.

Je výhodné, pokiaľ má destilačná kolóna podľa vynálezu aspoň jedno ďalšie bočné odberové miesto, ktorým možno odoberať frakciu obsahujúcu aspoň jednu organickú kyselinu. Táto frakcia môže ako organickú kyselinu obsahovať napríklad

kyselinu octovú, kyselinu oxálovú, kyselinu mravčiu alebo kyselinu butyrovú alebo zmes zostávajúcu z aspoň jednej z týchto kyselín. Miesto pre odber kyseliny sa môže nachádzať pod a/alebo nad vstupom a/alebo pod a/alebo nad bočným odberovým miestom.

Príkladné uskutočnenia spôsobu podľa vynálezu a zariadenia podľa vynálezu sú popísané na obr. 1 a obr. 2, jednako len je treba upozorniť, že majú iba ilustratívny charakter a nijako neobmedzujú rozsah vynálezu, ktorý je jednoznačne vymedzený priloženými patentovými nárokmi.

Obr. 1 znázorňuje formou diagramu jedno uskutočnenie destilačnej kolóny podľa vynálezu. Destilačná kolóna K1 podľa vynálezu má bočný vstup, do ktorého môže byť za účelom destilačného spracovania zavedená zmes SP štiepnych produktov. Z hlavy a z päty kolóny môže byť odoberaný produkt KP1 odoberaný z hlavy kolóny, respektíve produkt SP1 z päty kolóny. Destilačná kolóna podľa vynálezu má v každom prípade refluxné systémy, pomocou ktorých možno navracieť produkt odobratý z päty kolóny a/alebo produkt odoberaný z hlavy kolóny späť do kolóny, a to celé odobraté množstvo alebo jeho časť. V týchto refluxných systémoch sú inštalované tepelné výmenníky WT1 a WT2, pomocou ktorých je možné dodávať tepelnú energiu do produktu odobratého z päty kolóny alebo produktu odobratého z hlavy kolóny a recyklovaných vo forme refluxu alebo ju z týchto produktov odvádzať. Pokiaľ sa v destilačnej kolóne podľa vynálezu destiluje zmes štiepnych produktov vznikajúca pri štiepení CHP, potom je produkt odoberaný z hlavy kolóny bohatý na acetón a produkt odoberaný z päty kolóny je tvorený predvážne fenolom a zlúčeninami majúcimi teplotu varu vyššiu ako fenol.

Destilačná kolóna podľa vynálezu má ďalej bočné odberové miesto, ktorým môže byť z kolóny odoberaná frakcia, ktorá má teplotu varu ležiacu medzi teplotou varu produktu odoberaného z hlavy kolóny a teplotou varu produktu odoberaného z päty kolóny. Pokiaľ sa v destilačnej kolóne podľa vynálezu destiluje zmes štiepných produktov získaná pri štiepení CHP, potom je týmto bočným odberovým miestom z kolóny odoberaná zmes, ktorá môže obsahovať aspoň kumén, AMS a/alebo vodu. Táto zmes je potrubím SCA dopravovaná do zariadenia PT1 pre separáciu fáz, napríklad do dekantéra. Časť organickej fázy vznikajúca v tomto zariadení pre separáciu fáz možno navrátiť potrubím RO späť do destilačnej kolóny. Ostávajúca časť organickej fázy možno viesť k ďalšiemu spracovaniu potrubím CA. Časť vodnej fázy možno taktiež viesť späť do destilačnej kolóny K1 cez potrubie RW1, pričom výhodne sa táto vodná fáza navracia do kolóny v kvapalnom stave. Ostávajúca časť vodnej fázy môže byť vedená potrubím W1 k miestu jej následného použitia alebo ďalšieho spracovania.

Prípadne môže byť ďalšia časť vodnej fázy zavedená späť do destilačnej kolóny K1 potrubím RW2 v parnom alebo kvapalnom stave, pričom táto vodná fáza sa výhodne vedie do miesta ležiaceho pod vstupom, ktorým je vedená zmes SP štiepných produktov. Destilačná kolóna K1 môže byť prípadne opatrená aspoň jedným ďalším bočným odberovým miestom SOS1 a SOS2. Bočné odberové miesto SOS1 sa výhodne nachádza medzi vstupom pre zmes SP štiepných produktov a päťou kolóny. Bočné odberové miesto SOS2 sa výhodne nachádza medzi bočným odberovým miestom, na ktoré je napojené potrubie SCA, a hlavou kolóny. Frakcie, ktoré obsahujú aspoň jednu organickú kyselinu, môžu byť z kolóny odvádzané bočnými odberovými miestami SOS1 a SOS2.

Obr. 2 znázorňuje formou diagramu celkový spôsob destilačného spracovania zmesí štiepných produktov získavaných štiepením alkylarylhydroperoxidov, napríklad destiláciou zmesi štiepných produktov získané pri štiepení CHP. Tento reprezentatívny diagram neobsahuje znázornenie rôznych refluxov do kolóny, ktoré by zhoršovali prehľadnosť diagramu. Diagram neukazuje ani tepelné okruhy, t.j. výmenu tepelnej energie medzi jednotlivými frakciami alebo prevádzkovými prúdmi.

Zmes SP štiepných produktov je vedená za účelom destilácie do destilačnej kolóny K1. Zmes štiepných produktov môže byť už určitým spôsobom spracovaná, napríklad možno vopred nastaviť jej pH hodnotu a/alebo odstrániť všetku vodnú fázu. V destilačnej kolóne K1 sa zmes štiepných produktov rozdelí do troch frakcií. Produkt KP1 odoberaný z hlavy kolóny je frakciou bohatou na acetón. Frakcia odoberaná z boku destilačnej kolóny K1 potrubím SCA je bohatá na kumén, AMS a/alebo vodu. Produkt SP1 odoberaný z päty destilačnej kolóny K1 je bohatý na fenol.

Produkt KP1 odoberaný z hlavy kolóny sa zavádza do boku acetónovej kolóny K2, kde je rozdelený do frakcie RA čistého acetónu, ktorá je odoberaná z bočného odberového miesta ležiaceho pod hlavou kolóny, do frakcie AA obsahujúcej aldehyd a zlúčeniny a nízkou teplotou varu, ktorá sa odoberá z hlavy kolóny, a do frakcie SP2 z päty kolóny, ktorá obsahuje zlúčeniny majúce teplotu varu vyššiu ako acetón. Frakcia AA obsahujúca aldehyd a zlúčeniny a nízkou teplotou varu sa čiastočne vedie do premývačky W, do ktorej sa súčasne vedie báza B, alebo je odvádzaná z procesu potrubím KP2. Produkt odoberaný z premývačky W sa vracia späť do acetónovej kolóny K2. Frakcia čistého acetónu RA je odvádzaná potrubím k ďalšiemu použitiu alebo uskladneniu. Frakciu SP2 z päty kolóny

možno viesť napríklad k ďalšiemu spracovaniu, akým je napríklad bežné spracovanie odpadových vôd, potrubím AB. Časť spracovaného produktu z päty kolóny možno odvádzať potrubím AB2 do boku kolóny K3.

Do kolóny K3 je potrubím CA ďalej vedená organická časť frakcie odvádzanej potrubím SCA z boku destilačnej kolóny K1. Táto organická časť sa získa v zariadení PT1 pre separáciu fáz, do ktorého je zavedená bočná frakcia destilačnej kolóny K1. Časť organickej časti bočnej frakcie je potrubím RO vedená späť do destilačnej kolóny K1. Vodnú časť tejto bočnej frakcie získanú v zariadení PT1 pre separáciu fáz možno buď odvádzať z procesu ako prevádzkovú vodu W1 a/alebo ju možno recyklovať celú alebo jej časť do destilačnej kolóny K1 refluxom RW.

V kolóne K3 sa destiluje organická časť bočnej frakcie z destilačnej kolóny K1, ktorá obsahuje kumén a/alebo AMS, spôsobom, pri ktorom sa z bočného odberového miesta kolóny K3 získa frakcia CAH, ktorá obsahuje kumén a AMS a je vhodná pre priame zavedenie do zariadenia, kde prebieha hydrogenácia AMS na kumén. Zlúčeniny s teplotou varu vyššou ako AMS alebo nižšou ako kumén sa z celkového procesu odoberajú ako produkt KP3 odoberaný z hlavy kolóny alebo ako produkt SP3 odoberaný z päty kolóny. Nad bočným odberovým miestom pre odber frakcie CAH a súčasne pod hlavou kolóny K3 môže byť nainštalované aspoň jedno bočné odberové miesto KM, cez ktoré možno odoberať frakcie obsahujúce aspoň mezityloxid a/alebo ketóny, najmä ketóny iné ako je acetón.

Produkt SP1 odoberaný z päty destilačnej kolóny K1, ktorý je bohatý na fenol, sa zavádza do bočnej časti kolóny K4 surového fenolu. Surový fenol odoberaný z boku tejto kolóny sa ďalej spracováva v reaktore HR, ktorý môže napríklad obsahovať kyselinový katalyzátor vo fixnom lôžku, a následne je vedený

do kolóny K5 čistého fenolu. Produkt KP4 odberaný z hlavy kolóny K4 surového fenolu sa vedie späť do destilačnej kolóny K1. Produkt SP4 odoberaný z päty kolóny K4 surového fenolu sa vedie do kolóny K6. U tejto kolóny sa zlúčeniny s vysokou teplotou varu, napríklad decht, odoberajú z procesu ako produkt SP6 odberaný z päty kolóny a odvádzajú k ďalšiemu využitiu. Produkt KP6 odberaný z hlavy kolóny je odvádzaný späť, do kolóny K4 surového fenolu.

Surový fenol, ktorý sa spracuje v reaktore HR, a prevedie do kolóny K5 čistého fenolu, kde sa rozdelí na čistý fenol RPH, ktorý sa odvádza z boku kolóny K5 čistého fenolu a následne využíva alebo skladuje, frakciu s vyššou teplotou varu, ktorá sa odoberá z kolóny K5 čistého fenolu ako produkt SP5 odoberaný z päty kolóny a recykluje do kolóny K4 surového fenolu, a frakciu s nižšou teplotou varu, ktorá sa z kolóny K5 čistého fenolu odvádza ako produkt KP5 odoberaný z hlavy kolóny a ktorá sa taktiež vedie späť do kolóny K4 surového fenolu.

Príklady uskutočnenia vynálezu

Príklad 1

Zmes štiepnych produktov, ktorá okrem iného obsahovala 48 % hmotn. fenolu, 10 % hmotn. kuménu, 3 % hmotn. AMS, 27 % hmotn. acetónu, 0,03 % hmotn. acetaldehydu, 0,1 % hmotn. acetofenónu, 0,1 % hmotn. hydroxyacetónu a 9 % hmotn. vody, sa zaviedla do destilačnej kolóny znázornené na obr. 1 a obr. 2, ktorá mala 90 etáží, a to v mieste, ktoré odpovedalo 40. etáži kolóny.

Teplota v kolóne sa nastavila tak, že teplota v hlave kolóny dosahovala 47 °C, teplota v päte kolóny dosahovala 179 °C a teplota v bočnom odberovom mieste sa pohybovala medzi 88 °C a 89 °C. Tlak v päte destilačnej kolóny odpovedal atmosférickému tlaku. Časť produktu odoberaného z hlavy kolóny, ktorý obsahoval okrem iného 99 dielov acetónu a 0,1 dielov acetaldehydu, sa premiestnila do acetónovej kolóny, ktorá má 40 etáží, pričom výška vstupu do acetónovej kolóny odpovedala 8. etáži.

Teplota v acetónovej kolóne sa nastavila tak, že teplota v hlave kolóny dosahovala 42 °C a teplota v päte kolóny dosahovala 65 °C. V bočnom odberovom mieste, ktoré bolo inštalované vo výške odpovedajúcej 35. etáži a z ktorého sa odoberal čistý acetón s obsahom nečistôt nižším ako 0,25 % hmotn., bola nastavená teplota 42,5 °C. Produkt odoberaný z hlavy kolóny s obsahom acetaldehydu 100 mg/l sa kondenzoval a viedol do práčky, do ktorej bolo taktiež zavedené 10 g 5%

roztoku hydroxidu sodného na 1 kg produktu odoberaného z hlavy kolóny. Teplota v práčke bola 56 °C. Zmes odoberaná z práčky mala obsah acetaldehydu nižší ako 20 mg/l.

Produkt odoberaný z päty acetónovej kolóny, ktorý okrem iného obsahoval kumén, AMS a vodu, sa premiestnil do kuménovej kolóny.

Frakcia odobratá z bočného odberového miesta prvej destilačnej kolóny sa premiestnila do separačnej nádoby. V tejto separačnej nádobe sa vodná fáza, ktorá okrem iného obsahovala 98 % hmotn. vody a 1,3 % hmotn. hydroxyacetónu, oddelila od organickej fázy, ktorá okrem iného obsahovala 65 % hmotn. kuménu, 30 % hmotn. AMS, 2 % hmotn. fenolu a 0,2 % hmotn. vody. Po separácii fáz sa viac ako 95 % hydroxyacetónu prítomného v odobratej frakcii nachádzalo vo vodnej fáze. Časť vodnej fázy sa likvidovala ako odpad. Zvyšok vodnej fázy sa navracal späť do destilačnej kolóny.

Organická fáza oddelená v separačnej nádobe od vodnej fázy mala obsah hydroxyacetónu nižší ako 1000 mg/l. Táto organická fáza sa čiastočne navracala do prvej destilačnej kolóny. Zvyšok organickej fázy sa viedol bočným vstupom do kuménovej kolóny, ktorá mala 60 etáží, pričom vstup bol nainštalovaný vo výške, ktorá odpovedala 25. etáži. Kuménová kolóna pracovala tak, že teplota v hlave kolóny dosahovala 56 °C a teplota v päte kolóny dosahovala 140 °C. Bočným odberovým miestom, ktoré ležalo vo výške, ktoré odpovedalo 14. etáži a ktorého teplota dosahovala 138 °C, sa oddestilovala zmes AMS a kuménu, ktorá obsahovala menej ako 2 % hmotn. prímiesí. Frakcie s nižšou a vyššou teplotou varu odoberané z hlavy, respektíve z päty kuménovej kolóny, boli odstraňované ako odpad.

Produkt odoberaný z päty prvej destilačnej kolóny, ktorý obsahoval okrem iného 94 % hmotn. fenolu a 1,6 % hmotn. acetofenónu, sa zaviedol do boku kolóny surového fenolu obsahujúcej 70 etáží, a to vo výške, ktorá odpovedala 26. etáži. Táto kolóna pracovala tak, že teplota v hlave kolóny dosahovala 176 °C a teplota v päte kolóny dosahovala 203 °C. Frakcia odoberaná z hlavy kolóny surového fenolu sa navracala späť do prvej destilačnej kolóny. Frakcia produkovaná v päte kolóny surového fenolu sa prevádzala do ďalšej kolóny, t.j. do kolóny zlúčenín s vyššou teplotou varu, kde sa tieto zlúčeniny koncentrovali. Produkt tejto 50 etážovej kolóny získaný z hlavy kolóny pri 154 °C predstavoval frakciu, ktorá okrem iného obsahovala 95 % hmotn. fenolu a 5 % hmotn. acetofenónu. Táto frakcia sa viedla späť do kolóny surového fenolu. Produkt odoberaný z päty kolóny zlúčenín s vyššou teplotou varu, ktorý sa získal pri teplote 203 °C zostával z dechta s obsahom fenolu nižším ako 5 % hmotn. Prúd surového fenolu sa odoberal z kolóny surového fenolu vo výške, ktorá odpovedala 55. etáži pri teplote 181 °C.

Tento prúd surového fenolu obsahoval 99 % hmotn. fenolu. Ako prímеси boli v tomto prúde surového fenolu okrem iného obsiahnuté 2-metylbzofuran, AMS, mezityloxid, malé množstvo hydroxyacetónu a stopové množstvá ďalších prímеси. Tento prúd surového fenolu sa viedol cez reaktor, ktorý obsahoval ako katalyzátor 120 m³ kyselinové ionexové živice Amberlyst 15. Takto spracovaný surový fenol sa viedol bočným vstupom do 20. etáže 45etážovej kolóny čistého fenolu. Táto kolóna, ktorá pracovala za zníženého tlaku, mala teplotu v hlave kolóny 139 °C a teplotu v päte kolóny 142 °C. Čistý fenol s obsahom prímеси nižšom ako 100 mg/l sa odoberal z boku fenolovej kolóny v mieste, ktoré odpovedalo výške 40. etáže pri teplote 140 °C. Frakcia odoberaná z hlavy kolóny čistého fenolu sa navracala späť do kolóny surového fenolu vstupom ležiacom pod

hlavou tejto kolóny. Frakcia odoberaná z päty kolóny čistého fenolu sa viedla späť do kolóny surového fenolu vstupom, ktorý ležal nad pätou kolóny.

P A T E N T O V É N Á R O K Y

1. Spôsob destilačného spracovania zmesí štiepných produktov produkovaných štiepením alkylarylhydroperoxidov, v y z n a č u j ú c i s a t ý m, že zahrnuje delenie zmesi štiepných produktov do aspoň troch frakcií v jedinom destilačnom kroku.

2. Spôsob podľa nároku 1, v y z n a č u j ú c i s a t ý m, že jedna z frakcií obsahuje aspoň 75 % ketónu prítomného vo štiepnom produkte pred destilačným krokom.

3. Spôsob podľa nároku 2, v y z n a č u j ú c i s a t ý m, že ketónom je acetón.

4. Spôsob podľa aspoň jedného z nárokov 1 až 3, v y z n a č u j ú c i s a t ý m, že jedna z frakcií obsahuje aspoň 75 % substituovaného a/alebo nesubstituovaného fenolu prítomného vo štiepnom produkte pred destilačným krokom.

5. Spôsob podľa aspoň jedného z nárokov 1 až 4, v y z n a č u j ú c i s a t ý m, že jedna z frakcií obsahuje aspoň 75 % kuménu prítomného vo štiepnom produkte pred destilačným krokom a/alebo 75 % α -metylstyrénu prítomného vo štiepnom produkte pred destilačným krokom.

6. Spôsob podľa nároku 5, v y z n a č u j ú c i s a t ý m, že táto frakcia, ktorá obsahuje vodu, kumén a/alebo AMS, obsahuje aspoň 20 % hydroxyacetónu prítomného vo štiepnom produkte pred destilačným krokom.

7. Spôsob podľa aspoň jedného z nárokov 5 alebo 6, v y z n a č u j ú c i s a t ý m, že frakcie obsahujúce aspoň 75 % kuménu prítomného vo štiepnom produkte pred destilačným krokom a/alebo 75 % α -metylstyrenu prítomného vo štiepnom produkte pred destilačným krokom sa rozdelia v zariadení pre fázovú separáciu na vodnú fázu a organickú fázu.

8. Spôsob podľa nároku 7, v y z n a č u j ú c i s a t ý m, že sa aspoň časť organickej fázy vracia späť do destilačného kroku.

9. Spôsob podľa nároku 7 alebo 8, v y z n a č u j ú c i s a t ý m, že sa aspoň časť organickej fázy vedie do destilačnej kolóny (kuménovej kolóny), v ktorej sa organická fáza delí tak, že sa z hlavy kolóny odoberajú zlúčeniny, ktoré majú nižšiu teplotu varu ako kumén alebo α -metylstyren, z päty kolóny sa odoberajú zlúčeniny, ktoré majú vyššiu teplotu ako kumén alebo α -metylstyren a kumén a/alebo α -metylstyren sa odoberajú bočným odberovým miestom.

10. Spôsob podľa nároku 9, v y z n a č u j ú c i s a t ý m, že sa organická fáza delí v kuménovej kolóne tak, že sa aspoň jedným ďalším bočným odberovým miestom, ktoré

sa nachádza nad bočným odberovým miestom pre odber kuménu a/alebo α -metylstyrénu a súčasne pod hlavou kolóny, odvádza ďalšia frakcia, ktorá obsahuje aspoň mezityloxid, ketóny a/alebo vodu.

11. Spôsob podľa nároku 7, v y z n a č u j ú c i s a t ý m, že sa aspoň časť vodnej fázy vracia späť do destilačného kroku v kvapalnom a/alebo parnom stave.

12. Spôsob podľa nároku 7 alebo 11, v y z n a č u j ú c i s a t ý m, že vodná fáza obsahuje 75 % hydroxyacetónu prítomného vo frakcii obsahujúcej kumén a/alebo α -metylstyrén.

13. Spôsob podľa aspoň jedného z predchádzajúcich nárokov, v y z n a č u j ú c i s a t ý m, že zmes štiepných produktov má pred destilačným spracovaním koncentráciu fenolu dosahujúcu 20 % hmotn. až 70 % hmotn.

14. Spôsob podľa aspoň jedného z predchádzajúcich nárokov, v y z n a č u j ú c i s a t ý m, že zmes štiepných produktov má pred destilačným spracovaním koncentráciu hydroxyacetónu dosahujúcu 200 mg/l až 5 % hmotn.

15. Destilačná kolóna pre destilačnú separáciu zmesí štiepných produktov získaných pri štiepení kuménhydroxyperoxidu, v y z n a č u j ú c a s a t ý m, že má rozmery, ktoré umožňujú z hlavy kolóny odoberať frakciu

surového acetónu obsahujúcu aspoň 75 % hmotn. acetónu, z päty kolóny odoberať frakciu surového fenolu obsahujúcu aspoň 60 % hmotn. fenolu a z boku kolóny aspoň jednu frakciu, ktorá obsahuje aspoň vodu, kumén a /alebo α -metylstyren.

16. Destilačná kolóna podľa nároku 15, v y z n a č u j ú - c a s a t ý m, že má rozmery, ktoré umožňujú z päty kolóny odoberať frakciu obsahujúcu fenol a aspoň 75 % hydroxyacetónu obsiahnutého vo zmesi štiepnych produktov.

17. Destilačná kolóna podľa nároku 15, v y z n a č u j ú - c a s a t ý m, že kolóna má rozmery, ktoré umožňujú odoberať aspoň z jedného bočného odberového miesta kolóny frakciu obsahujúcu kumén a/alebo α -metylstyren a aspoň 75 % hydroxyacetónu prítomného vo zmesi štiepnych produktov.

18. Destilačná kolóna podľa nároku 17, v y z n a č u j ú - c a s a t ý m, že kolóna je opatrená bočným odberovým miestom, ktorým možno odoberať frakciu obsahujúcu aspoň hydroxyacetón a kumén a/alebo α -metylstyren a ktoré leží v oblasti kolóny majúcej separačný potenciál 15 % až 95 %.

19. Destilačná kolóna podľa jedného z nárokov 15 až 18, v y z n a č u j ú c a s a t ý m, že má 20 až 200 teoretických etáží.

20. Destilačná kolóna podľa jedného z nárokov 15 až 19, v y z n a č u j ú c a s a t ý m, že má aspoň jedno bočné odberové miesto, ktorým možno odoberať frakciu obsahujúcu aspoň jednu organickú kyselinu.

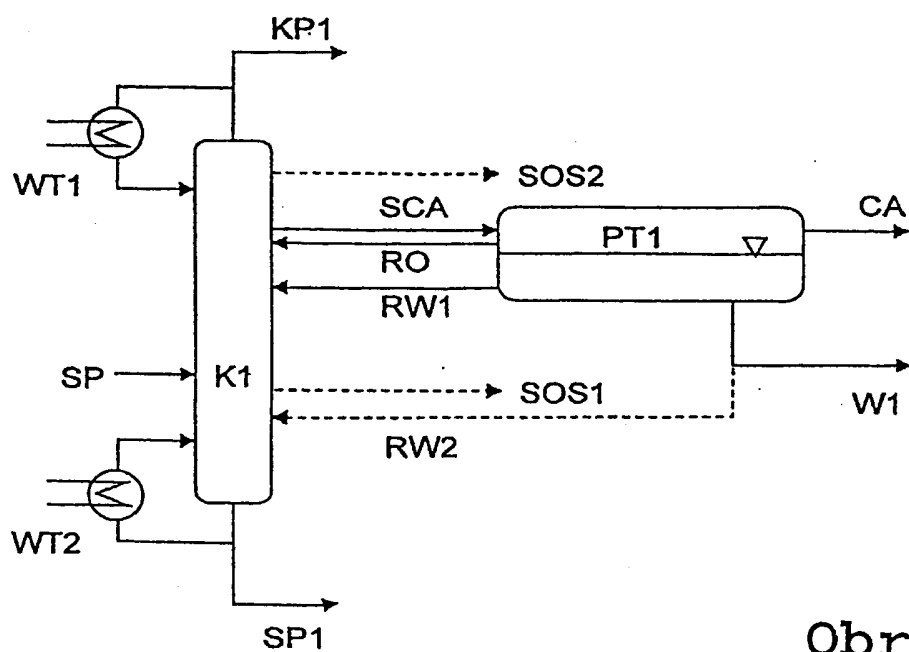
21. Spôsob prípravy fenolu a acetónu, v y z n a č u j ú - c i s a t ý m, že zahrnuje

- oxidáciu kuménu na kuménhydroperoxid
- štiepenie kuménhydroperoxidu
- destilačné spracovanie zmesi vznikajúcej pri štiepení kuménhydroperoxidu,

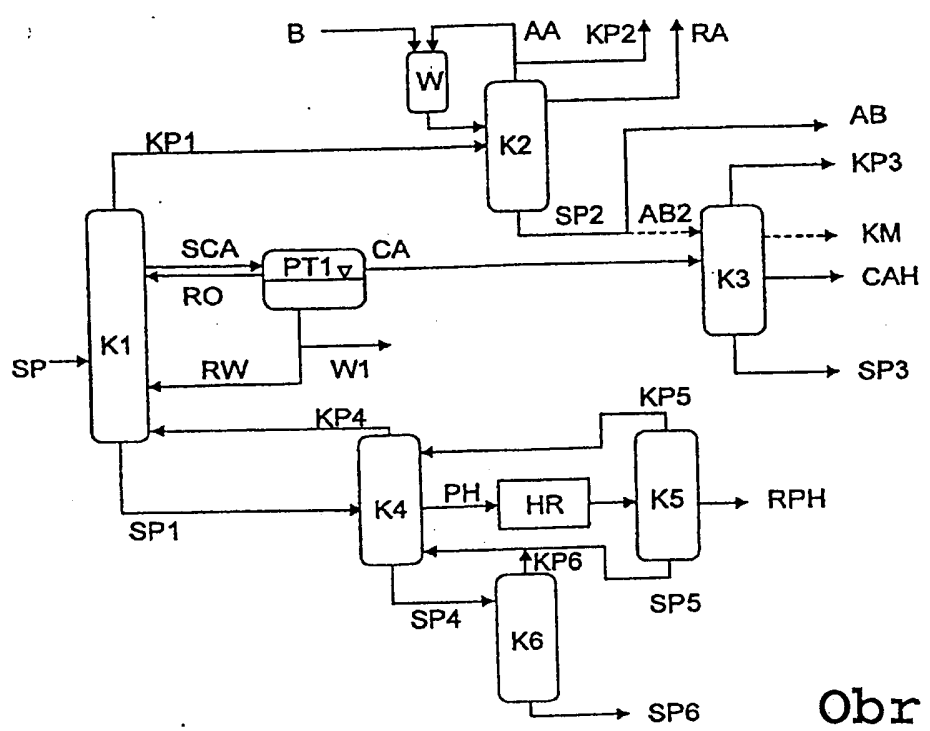
ktoré zahrnuje izoláciu tejto zmesi do aspoň troch frakcií v jedinom destilačnom kroku.

22. Fenol, ktorý možno pripraviť spôsobom podľa aspoň jedného z nárokov 1 až 14.

23. Acetón, ktorý možno pripraviť spôsobom podľa aspoň jedného z nárokov 1 až 14.



Obr. 1



Obr. 2.