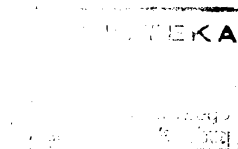


Warszawa, 20 kwietnia 1937 r.

URZĄD PATENTOWY



607c 3/12



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 24604.

Kl. 23 c, 3.

Naamlooze Vennootschap de Bataafsche Petroleum Maatschappij
(Haga, Niderlandy).

Sposób wytwarzania ulepszonych olejów węglowodorowych, żywic oraz produktów do wytwarzania błon z olejów mineralnych.

Zgłoszono 3 kwietnia 1935 r.

Udzielono 27 lutego 1937 r.

Pierwszeństwo: 23 kwietnia 1934 r. (Niderlandy).

Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania wartościowych węglowodorów, żywic oraz produktów do wytwarzania błon z olejów mineralnych zawierających związki aromatyczne.

Sposób według wynalazku polega na kondensacji materiału wyjściowego zawierającego związki aromatyczne, w obecności katalizatorów kondensujących, np. chlorku glinu, z węglowodorami szeregu acetylenu lub z mieszaniną gazów zawierających te węglowodory.

Jako materiał wyjściowy można stosować oleje mineralne zawierające związki aromatyczne, np. oleje z Borneo, destylaty olejów lub pozostałości podestylacyjne.

Można również stosować produkty krakowania zawierające związki aromatyczne, zwłaszcza pozostałości z krakowania, lub wyciągi zawierające związki aromatyczne, np. wyciąg Edeleanu.

Sposobem według wynalazku z wymienionych materiałów można otrzymywać produkty wysokowartościowe, np. oczyszczoną naftę, oleje gazowe, oleje smarowe, oraz stałe produkty żywiczne, jak również oleje lepkie, bardzo cenne jako składniki przy wytwarzaniu błon, lakierów i mas plastycznych.

Stwierdzono, iż podczas kondensacji z acetylenem substancje szkodliwe, jak siarka lub związki siarkowe, zostają usunięte.

Olej palny (nafta) stanowi po reakcji produkt odróżniający się nie tylko wskutek usunięcia zeń związków aromatycznych, lecz również wskutek zmniejszenia się zawartości siarki z 1,6% do 0,3%. Jednocześnie usunięte zostają wszelkie związki tlenu.

Sposobem według wynalazku można zwłaszcza ulepszać oleje smarowe gorsze, ze względu na zawartość w nich znacznych ilości związków aromatycznych, i otrzymywać z tych olejów smary, których lepkość jest znacznie powiększona.

Można przeprowadzać reakcję za pomocą czystego acetyleny lub mieszaniny gazów zawierających acetylen, np. mieszaniny gazów otrzymywanych z metanu lub gazów zawierających metan, przez poddanie ich działaniu ciepła, niecałkowitemu spalaniu lub działaniu łuku elektrycznego. Można również stosować gazy wydzielające się podczas krakowania nafty i zawierające jeszcze choćby nieznaczne ilości acetyleny. Przez wyługowywanie za pomocą odpowiednich rozpuszczalników można z wymienionych mieszanin gazowych uzyskać acetylen. Przed użyciem acetyleny można go podgrzać.

Jako katalizatorów kondensujących można używać również chlorku cynku, chloru żelaza, fluorku boru.

Wskazane jest przeprowadzanie reakcji w umiarkowanej temperaturze od 30° do 50°C. Jednak w niektórych przypadkach można stosować temperaturę niższą, np. poniżej 0°C, lub też wyższą. Reakcję można przeprowadzać pod ciśnieniem normalnym, jednak w niektórych przypadkach, zwłaszcza przy stosowaniu acetyleny rozcieńczonego innymi gazami, jest rzeczą wskazaną przeprowadzać traktowanie pod ciśnieniem zwiększonym.

Ponieważ wobec stopniowego, w miarę postępu reakcji, gęstnienia, a nawet twarzenia mieszaniny reakcyjnej utrudnionym staje się wprowadzanie gazu, jak rów-

nież mieszanie, jest rzeczą wskazaną przeprowadzać reakcję w obecności środka rozcieńczającego. W tym celu można używać cieczy obojętnych, np. cykloheksanu, eteru naftowego, nafty nie zawierającej związków aromatycznych. Jeżeli bowiem zastosować rozpuszczalnik niecałkowicie pozbawiony związków aromatycznych, wówczas biorą one udział w reakcji.

Mieszaninę reakcyjną można poddawać wyługowywaniu za pomocą rozpuszczalników selektywnych. Każda z frakcji otrzymywanych lub jej część może być podzielona na większą liczbę frakcji przez destylację lub w inny odpowiedni sposób.

Przykład I. 35,6 g oleju smarowego (Borneo) o ciężarze właściwym 0,9640, lepkości według Deana i Davisa V.I.—9, rozpuszcza się w eterze naftowym (o temperaturze wrzenia 40 — 60°C). Po dodaniu 4,85 g $AlCl_3$ wprowadza się acetylen przez 3½ godziny jednocześnie mieszając i utrzymując temperaturę mieszaniny w pobliżu 50°C, przy czym zostaje związany jeden gram acetyleny. W ciągu następnych 40 minut pozostawia się mieszaninę bez doprowadzania acetyleny w temperaturze około 50°C, a następnie jeszcze przez 16 godzin w temperaturze pokojowej.

Część stwardniałej masy reakcyjnej zostaje wyługowana za pomocą eteru naftowego (o temperaturze wrzenia 40°—60°C). Po przefiltrowaniu przez węgiel (norite) i po odparowaniu eteru naftowego otrzymuje się podczas destylacji w próżni 1,3 g produktu o temperaturze wrzenia 165° — 175°C przy 2½ mm Hg ciśnienia. Pozostałość w ilości 26,2 g (która wynosi w stosunku do materiału wyjściowego wraz z pochłoniętym przezeń acetylenem 71,6%) stanowi oczyszczony olej smarowy o zabarwieniu bladożółtym, znacznie lepszy od materiału wyjściowego. Jego ciężar właściwy wynosi 0,9338, a wskaźnik lepkości V. I. + 51.

Pozostałą część mieszaniny reakcyjnej

nierozpuszczalną w eterze naftowym traktuje się mieszaniną składającą się z 1 części benzenu i 1 części eteru naftowego. Po przefiltrowaniu wyciągu przez węgiel i po odparowaniu rozpuszczalnika otrzymuje się 4,6 g bardzo lepkiej żółtej masy.

W celu odzyskania $AlCl_3$ szlam pozostały po dwóch wyługowaniach masy traktuje się wodą, po czym rozpuszcza się go w benzenie. Po odparowaniu benzenu otrzymuje się 3,0 g twardej żywicy koloru brunatnego.

Przykład II. Jako materiał wyjściowy bierze się produkt bogaty w związki aromatyczne, o temperaturze wrzenia od 170° do $340^\circ C$ i o ciężarze właściwym 0,9833, otrzymywany przy krakowaniu olejów mineralnych zawierających związki aromatyczne. Do 66,63 g tego materiału dodaje się 2,16 g $AlCl_3$ i przez 3 godziny wprowadza się acetylen utrzymując temperaturę około $30^\circ - 31^\circ C$, po czym pozostawia się masę przez 16 godzin w temperaturze pokojowej, a następnie przez 4 godziny wprowadza się ponownie acetylen w temperaturze $30^\circ - 31^\circ C$ dodając jednocześnie 0,42 g $AlCl_3$. Zostaje pochłoniętych 6,95 g acetyleny.

Przez wyługowanie ciemnobrunatnej masy reakcyjnej eterem naftowym otrzymuje się wyciąg, z którego po oddestylowaniu w próżni eteru naftowego otrzymuje się 19,3 g bezbarwnego oleju destylującego w temperaturze od 50° do $150^\circ C$ przy 1,2 mm Hg ciśnienia. Pozostałość w ilości 5,4 g stanowi przezroczystą żywicę koloru ciemnobrunatnego.

Pozostałość nierozpuszczalną w eterze naftowym traktuje się mieszaniną 2 części eteru naftowego i 1 części benzenu. Po oddestylowaniu wyciągu w próżni otrzymuje się 12,2 g oleju o zabarwieniu jasnożółtym i temperaturze wrzenia od 50° do $140^\circ C$ przy 1,4 mm Hg ciśnienia. Pozosta-

łość stanowi 19,9 g zielonkawo-brunatnej żywicy.

W celu odzyskania $AlCl_3$ szlam pozostały po dwóch wyługowaniach masy traktuje się wodą, po czym rozpuszcza się go w benzenie. Po odparowaniu rozpuszczalnika pozostaje 16,2 g ciemnobrunatnej żywicy.

Ogólna wydajność żywicy wynosi 41,5 g, czyli 56,3% materiału wyjściowego.

Można zwiększyć ilość otrzymywanej żywicy poddając powtórnie działaniu acetyleny frakcje olejów otrzymywanych z masy reakcyjnej.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania ulepszonych olejów węglowodorowych, żywic oraz produktów do wytwarzania błon z olejów mineralnych zawierających związki aromatyczne, znamieny tym, że materiał wyjściowy traktuje się w obecności katalizatorów kondensujących, np. chlorku glinu, acetylenem, jego homologami lub gazami zawierającymi te węglowodory.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że traktowanie przeprowadza się w temperaturze od 30° do $50^\circ C$.

3. Sposób według zastrz. 1 lub 2, znamieny tym, że reakcję przeprowadza się w obecności środka rozcieńczającego.

4. Sposób według zastrz. 1 — 3, znamieny tym, że mieszaninę reakcyjną wyługowuje się za pomocą rozpuszczalnika, po czym całą ilość otrzymanego wyciągu poddaje się rozfrakcjonowaniu, np. przez destylację.

Naamlooze Vennootschap
de Bataafsche Petroleum
Maatschappij.

Zastępca: Inż. J. Wyganowski,
rzecznik patentowy.