



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 28.05.75 (P. 180 749)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 04.12.76

Opis patentowy opublikowano: 31.07.1978

MKP C10g 17/00

Int. Cl.² C10G 17/00

Twórcy wynalazku: Władysław Szwed, Elżbieta Przyłuska, Maria Borkowska

Uprawniony z patentu: Instytut Technologii Nafty, Kraków (Polska)

Sposób otrzymywania olejów białych przy równoczesnym otrzymywaniu kwasów sulfonowych z olejów mineralnych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania olejów białych, w procesie sulfonowania olejów mineralnych z równoczesnym otrzymywaniem kwasów sulfonowych.

Oleje mineralne o temperaturach wrzenia w granicach 300—550°C, poddane uprzednio rafinacji selektywnej i ewentualnie, w przypadku olejów pochodzących z rop parafinowych, odparafinowaniu, poddaje się sulfonowaniu przy zastosowaniu kwasu siarkowego, oleum lub gazowego trójtlenku siarki. Proces sulfonowania, którego celem, może być uzyskanie kwasów sulfonowych lub też olejów białych i kwasów sulfonowych, prowadzi się jednostopniowo lub korzystniej wielostopniowo. Kwaśny produkt sulfonowania wg dotychczas stosowanych technologii pozostawia się do odstania gudronów, po czym warstwę olejową zobojętnia się alkaliem lub amoniakiem w postaci roztworów wodnych, alkoholowych lub alkoholowo wodnych.

Ze zobojętnionego oleju ekstrahuje się utworzone mydła sulfonowe przy użyciu niższych alkoholi o ilości węgla 1—4 lub wodnych roztworów tych alkoholi. Sposób według wynalazku polega na traktowaniu produktu sulfonowania, bez odstawiania gudronu, wodnym roztworem alkoholu o stężeniu 45—90% wagowych, korzystnie 60—75% wagowych w stosunku wagowym produktu sulfonowania do rozpuszczalnika jak 1 : 0,5 do 1 : 2,5, korzystnie jak 1 : 1 do 1 : 1,5. Tak potraktowany pro-

2

dukt sulfonowania rozdziela się na dwie warstwy: górną warstwę stanowi wyjąłowany z kwaśnych składników olej, a dolna warstwa zawiera wszystkie substancje kwaśne w roztworze alkoholowym, względnie wodnoalkoholowym. Operację ekstrakcji produktu sulfonowania prowadzi się podobnie po każdym stopniu sulfonowania. Po ostatnim stopniu sulfonowania i ekstrakcji, zrafinowany olej poddaje się zwyczajnym operacjom, mającym na celu ukończenie rafinacji oleju białego. W celu rozdzielenia kwasów rozpuszczalnych w oleju od reszty zanieczyszczających je substancji kwaśnych, wyizolowuje się je według wynalazku przez ekstrakcję frakcją węglowodorów naftowych o granicach wrzenia 60—120°C korzystnie 70—100°C z roztworu wodnego lub wodno alkoholowego o stężeniu do 50% wagowych.

Do warstwy węglowodorowej przechodzą kwasy sulfonowe rozpuszczalne w oleju, względnie w oleju i w wodzie, a w warstwie wodnej lub wodno alkoholowej pozostają rozpuszczalne w wodzie kwasy sulfonowe, kwaśne substancje żywiczne oraz kwasy siarkowe, pozostające w środowisku względnie powstające w czasie procesu rafinacji.

Przez oddestylowanie frakcji węglowodorowej uzyskuje się wyizolowane, rozpuszczalne w oleju i/lub w oleju i w wodzie kwasy sulfonowe, mające zastosowanie do produkcji detergentów, emulgatorów, inhibitorów rdzewienia itp.

Sposobem według wynalazku uzyskuje się zwiększoną w granicach od 60—80% wydajność rafinowanego oleju białego, który przy dotychczasowych metodach pozostawał w dużej części w odstanych warstwach gudronu. Również wydajność oczyszczonych, rozpuszczalnych w oleju lub w oleju i wodzie kwasów sulfonowych osiąga znacznie wyższy poziom niż przy dotychczasowych metodach ich otrzymywania, gdyż sposobem wg wynalazku następuje całkowite ich odzyskiwanie, łącznie z tą poważną częścią, która wg dotychczasowych metod pozostawała w odstanych gudronach.

Przykład I. 600 g oleju mineralnego traktowano gazowym SO_2 w wyniku czego otrzymano 660 g oleju sulfonowanego o LK=60 mg KOH/g. Produkt ten poddano ekstrakcji 660 g alkoholu etylowego o stężeniu 60% wagowych. Po rozdzielaniu warstwy olejowej od kwaśnej warstwy alkoholowej odpędzono z warstwy olejowej zatrzymane małe ilości alkoholu i wody, otrzymując 452 g oleju.

Z warstwy alkoholowej odpędzono alkohol, otrzymując 314 g surowych kwasów sulfonowych.

Opisane operacje sulfonowania i ekstrakcji powtórzono jeszcze trzykrotnie, uzyskując po II sulfonowaniu 404 g oleju i 96 g kwasów sulfonowych, po III sulfonowaniu 385 g oleju i 70 g kwasów sulfonowych oraz po IV sulfonowaniu 358 g oleju i 73 g sulfokwasów.

Olej po IV sulfonowaniu poddano operacjom wykończającym, uzyskując olej biały klasy oleju farmaceutycznego lub kosmetycznego w ilości 323 g, co stanowi 54% w stosunku do wsadu olejowego.

Kwasy sulfonowe surowe, w łącznej ilości 553 g, zawierające około 30% wody, poddano oczyszczeniu przez ekstrakcję frakcją węglowodorową o zakresie temperatury wrzenia 70—100°C. Z frakcji węglowodorowej, po odpędzeniu rozpuszczalnika uzyskano 201 g kwasów sulfonowych o LK=104 mg KOH/g, zawartości wody ok. 6% i zawartości oleju około 10%. Zanieczyszczenia, zawarte w surowych sulfokwasach pozostają w warstwie wodnej.

Przykład II. 600 g oleju mineralnego sulfonowano gazowym SO_2 w wyniku czego otrzymano 667 g oleju sulfonowanego o LK=58 mg KOH/g. Produkt ten poddano ekstrakcji alkoholem etylowym 96% objęt. w ilości 1000 g. Po ekstrakcji u-

tworzyły się dwie warstwy, alkoholowa kwaśna i olejowa. Z warstwy olejowej po odpędzeniu niewielkich ilości rozpuszczalnika otrzymano 441 g oleju. Warstwę alkoholową pozostawiono w celu połączenia z ekstraktami alkoholowymi z następnymi cyklami sulfonowania.

Opisane wyżej operacje powtórzono jeszcze trzy razy otrzymując: po II sulfonowaniu 392 g oleju, po III sulfonowaniu 369 g oleju i po IV sulfonowaniu 340 g oleju.

Roztwory alkoholowe sulfokwasów uzyskane z ekstrakcji oleju po wszystkich czterech sulfonowaniach połączono i poddano destylacji, w celu częściowego odpędzenia alkoholu. Alkohol oddestylowano w takiej ilości, by pozostały w sulfokwasach alkohol, po dodaniu wody osiągnął stężenie 45% obj. i pozostawał w stosunku do masy surowych sulfokwasów jak 2:1.

Z takiego roztworu ekstrahowano sulfokwasy frakcją węglowodorową o zakresie temperatury wrzenia 70—100°C. Z warstwy węglowodorowej po odpędzeniu rozpuszczalnika otrzymano 232 g sulfokwasów o LK=81 mg KOH/g, zawartości oleju około 26% i zawartości wody około 8%.

Olej po IV sulfonowaniu poddano operacjom wykończającym, uzyskując olej biały klasy oleju medycynalnego lub kosmetycznego w ilości 306 g, co stanowi 51% w stosunku do wsadu olejowego.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania olejów białych przy równoczesnym otrzymywaniu kwasów sulfonowych z olejów mineralnych przez wielostopniowe sulfonowanie i następną ekstrakcję roztworem wodnoalkoholowym, **znamienny tym**, że kwasy sulfonowe ekstrahuje się bez oddzielania gudronu roztworem wodnoalkoholowym o stężeniu 45—90% wagowych, korzystnie 60—75% wagowych, a kwasy sulfonowe rozpuszczalne w oleju i kwasy sulfonowe rozpuszczalne w oleju i wodzie oczyszcza się przez ekstrakcję z roztworu wodnego względnie wodnoalkoholowego o stężeniu alkoholu do 50% wagowych przy użyciu frakcji węglowodorowej o granicach wrzenia 60—120°C, korzystnie 70—100°C, przy czym z węglowodorowego roztworu wydziela się kwasy sulfonowe w znany sposób przez oddestylowanie rozpuszczalnika.