

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

56509

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 15.I.1966 (P 112 477)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 10.XII.1968

Kl. 12 o, 3/05

MKP

CZYTELNIK

UKD
Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Lw-6

6076 11/00

Współtwórcy wynalazku: mgr Tadeusz Kapcia, mgr inż. Marian Nowak,
mgr Janina Janas

Właściciel patentu: Rafineria Nafty Jasło, Jasło (Polska)

Sposób obróbki ciekłych lub stałych produktów zawierających węglowodory parafinowe

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób chemicznej obróbki ciekłych lub stałych, zawierających węglowodory parafinowe produktów naftowych lub podobnych naturalnych i syntetycznych, takich jak np. gacze parafinowe, parafiny surowe i rafinowane, parafina syntetyczna z syntezy Fischer — Tropscha, parafina wytłewna, oleje parafinowe, produkty odparafinowania olejów mineralnych itp, przez działanie na te produkty w podwyższonej temperaturze mieszaniną kwasu azotowego, siar-

kowego i wody.
Jak wiadomo ciekłe lub stałe, zawierające węglowodory parafinowe produkty naftowe lub podobne produkty pochodzenia naturalnego lub syntetycznego poddaje się zazwyczaj przeróbce chemicznej np. przez uwodornianie, utlenianie, chlorowanie, sulfonowanie, krakowanie itp, w celu otrzymywania substancji odznaczających się aktywnością chemiczną, które znajdują bezpośrednie zastosowanie użytkowe lub stosowane są do dalszego przerobu. Z najbardziej znanych tego rodzaju produktów wymienić można różne gatunki chloroparafiny, związki sulfonowe, syntetyczne kwasy tłuszczowe, alfa-olefiny itp.

Znane są również sposoby nitrowania oraz utleniania olejów mineralnych za pomocą kwasu azotowego lub innych czynników nitrujących, a także otrzymywanie kwasów tłuszczowych z parafiny twardej, przez utlenianie tlenkami azotu. Opisano też w literaturze patentowej stosowanie mie-

2

szaniny stężonego kwasu azotowego i siarkowego w procesie rafinacji olejów mineralnych oraz wytwarzania typowych nitrozwiązków aromatycznych, wytrącanych z masy reakcyjnej po dodaniu wody. Proces ten prowadzony jest w temperaturze 80°C, a jego celem jest otrzymanie rafinowanego oleju mineralnego (podlegającego dalszemu oczyszczaniu) oraz aromatycznych produktów nitrowania, wyodrębnianych i mających oddzielne zastosowanie.

Według wynalazku, surowiec ciekły lub stały, zawierający mieszaniny węglodorów parafinowych, poddaje się działaniu mieszaniny kwasu azotowego, kwasu siarkowego i wody. Otrzymany produkt techniczny oddziela się od mieszaniny nieprzereagowanych kwasów oraz przemycza wodą, dowolnymi sposobami. W prowadzonym procesie stosuje się mieszaniny kwasu azotowego i siarkowego w różnym stężeniu, zawierające 20—60% stężonego H_2SO_4 najkorzystniej o stężeniu 98% lub oleum 20%-we oraz 25—50% stężonego HNO_3 o stężeniu najkorzystniej 63% lub 98%, a ze względu na bezpieczeństwo prowadzenia procesu konieczna jest obecność w mieszaninie 15—30% wody. Stężenia kwasów użytych do otrzymywania mieszanin kwasowych nie mają zasadniczego znaczenia dla wyników procesu. Sporządza się je ze stężonych kwasów azotowego i siarkowego oraz mieszanek kwasowej preakcyjnej, wydzielanej z kwasów odpadkowych. Proces prowadzi się jedno-

stopniowo lub wielostopniowo, w temperaturze 100—180°C, korzystnie w temperaturze 130°C i 150°C.

Korzystniejsze jest przy tym prowadzenie procesu wielostopniowo, ponieważ uzyskuje się wówczas produkt bardziej jednorodny pod względem chemicznym. Tak wytworzony produkt o dużej aktywności chemicznej stanowi mieszaninę różnego typu związków polarnych, rozpuszczonych w mieszaninie węglowodorów parafinowych, przy czym praktycznie nie występują w nim typowe nitrozwiązki.

Otrzymany produkt techniczny posiada następujące właściwości:

liczba kwasowa	20—30 mg KOH/g
liczba zmydlenia	40—60 mg KOH/g
liczba hydroksylowa	około 10 mg KOH/g
zawartość azotu	około 1%
reakcja charakterystyczna na grupę nitrową	praktycznie nie wykazuje grup nitrowanych

oraz stanowi surowiec do produkcji dodatków uszlachetniających do produktów naftowych, jak również nadaje się do bezpośredniego zastosowania w wielu gałęziach techniki, jak np. do impregnacji materiałów tekstylnych, jako składnik różnego rodzaju mydeł i past, jako zmiękcacz do tworzyw sztucznych, kauczuku naturalnego i syntetycznego, jako składnik smarów, farb i lakierów oraz jako emulgator hydrofilny i olejofilny itp.

Przykład I. 1000 kg parafiny o właściwościach: temperatura krzepnięcia 50—56°C, zawartość oleju 0,5—2%, ciężar cząsteczkowy 400—500, topi się i ogrzewa do temperatury 130°C. Po uzyskaniu tej temperatury wprowadza się w ciągu 2,5 godziny 440 kg mieszaniny o składzie: 49% H_2SO_4 o stężeniu 98%, 31% HNO_3 o stężeniu 98% oraz 20% wody. Następnie po ogrzaniu mieszaniny reakcyjnej do temperatury 150°C wprowadza się w ciągu 0,5 godziny 160 kg mieszaniny o składzie: 25% H_2SO_4 o stężeniu 98%, 47% HNO_3 o stężeniu 98% i 28% wody. Po ochłodzeniu reagentów do temperatury 90°C, oddziela się kwasy odpadkowe, a pozostały produkt wlewa się do zimnej wody i następnie przemycza się jeszcze czterokrotnie wo-

dą celem stabilizacji. Otrzymany produkt posiada następujące właściwości: liczba zmydlenia 45 mg KOH/g, liczba kwasowa 25 mg KOH/g, zawartość azotu 0,7%.

Przykład II. 1000 kg surowej parafiny o temperaturze krzepnięcia 50—56°C ogrzewa się do temperatury około 150°C, po czym w ciągu 6 godzin wprowadza się 240 kg mieszaniny składającej się z 100 kg kwasu azotowego o stężeniu 98%, 100 kg kwasu siarkowego o stężeniu 98% i 40 kg wody. Po ochłodzeniu reagentów do temperatury około 90°C odpuszcza się kwasy odpadkowe, a otrzymany produkt przemycza się wodą, aż do zaniku reakcji kwaśnej. Posiada on następujące właściwości: liczba zmydlenia 45 mg KOH/g, liczba kwasowa 25 mg KOH/g, zawartość azotu 0,7%.

Przykład III. 1000 kg gaczu parafinowego o właściwościach: temperatura krzepnięcia — 50°C, zawartość oleju 5% ciężar cząsteczkowy 300, topi się i ogrzewa do temperatury 120°C, po czym wprowadza się w ciągu 2 godzin 400 kg mieszaniny o składzie 45% H_2SO_4 o stężeniu 98%, 35% HNO_3 o stężeniu 98% i 20% wody. Następnie całość ogrzewa się do temperatury 130°C, równocześnie wprowadzając w ciągu 0,5 godziny 150 kg mieszaniny o składzie 20% H_2SO_4 o stężeniu 98%, 50% HNO_3 o stężeniu 98% i 30% wody. Po zakończeniu procesu dozowania i ochłodzeniu produktu do temperatury 90°C, oddziela się kwasy odpadkowe, a otrzymany produkt wlewa do zimnej wody. Po stabilizacji polegającej na czterokrotnym myciu wodą, gotowy produkt posiada następujące właściwości: liczba zmydlenia 50 mg KOH/g, liczba kwasowa 20 mg KOH/g, zawartość azotu 0,5%.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób obróbki ciekłych lub stałych produktów, zawierających węglowodory parafinowe, w podwyższonej temperaturze za pomocą mieszaniny kwasu azotowego, kwasu siarkowego i wody, **znamienny tym**, że obróbkę prowadzi się w temperaturze 100—180°C mieszaniną o składzie 20—60% stężonego kwasu siarkowego najkorzystniej o stężeniu 98% lub oleum 20%, 25—50% stężonego kwasu azotowego o stężeniu najkorzystniej 98% i 15—30% wody, po czym produkt reakcji odmywa się od kwasów.

