



C 10 g 29/20

POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

Nr 38183

Kl. 23 b, 2/01

Polska Akademia Nauk *)

Warszawa, Polska

Sposób wytwarzania produktów addycji węglowodorów lub ich pochodnych z mocznikiem lub tiomocznikiem

Patent trwa od dnia 12 kwietnia 1954 r.

W celu rozdzielania węglowodorów lub ich pochodnych metodą krystalizacji ekstrakcyjnej, wytwarza się produkty addycji, czyli addukty, z mocznikiem lub tiomocznikiem wykorzystując selektywne właściwości tej reakcji. Następnie addukty te rozkłada się wydzielając z nich przyłączone węglowodory lub ich pochodne oraz odzyskując mocznik lub tiomocznik do dalszej pracy. Przy stosowaniu tej metody rozdzielania węglowodorów lub ich pochodnych, najważniejszą reakcją jest otrzymywanie adduktów.

W znany sposób addukty otrzymuje się przez mieszanie oleju, z którego chce się wydzielić pewną grupę węglowodorów lub ich pochodnych, w miarę potrzeby rozcieńczonego odpowiednim rozpuszczalnikiem, ze stałym mocznikiem lub tio-

mocznikiem w obecności wody lub alkoholi lub innych substancji przyspieszających reakcję addycji. Odmiana znanego sposobu posługuje się nasyconym roztworem mocznika lub tiomocznika. Otrzymuje się przy tym papkę, która jest zawieszoną kryształów adduktu i nieprzereagowanego mocznika lub tiomocznika w dwufazowej cieczy. Następnie mieszaninę tę poddaje się sączeniu i w miarę potrzeby przemywa się osad odpowiednim rozpuszczalnikiem w celu usunięcia z niego oleju niezwiązanego w postaci adduktu. Do wykonywania tego sposobu w skali technicznej niezbędne są reaktory z mieszadłami i urządzenia filtracyjne.

Wynalazek polega na wytwarzaniu produktu addycji oraz oddzielaniu go od reszty składników oleju w jednym zabiegu i w jednym urządzeniu. Sposobem według wynalazku olej, z którego ma się wydzielić pewną grupę węglowodorów lub ich

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest dr inż. Włodzimierz Kisielow.

pochodnych, rozcieńczony w miarę potrzeby odpowiednim rozpuszczalnikiem wraz z dodatkiem wody lub alkoholu lub innej cieczy przyspieszającej reakcję addycji, przeprowadza się przez warstwę stałego mocznika lub tiomocznika. Na ogół wystarcza zwykle grawitacyjne przesączenie dwufazowej cieczy przez nieruchomą warstwę mocznika lub tiomocznika o odpowiedniej granulacji. Do tego celu można stosować dowolne znane urządzenia, zwane ogólnie perkulatorami. W pewnych szczególnych przypadkach korzystne jest stosowanie zwiększonego lub zmniejszonego ciśnienia do przetłaczania lub przesysania cieczy przez warstwę mocznika lub tiomocznika, bądź też utrzymywanie kryształów mocznika lub tiomocznika w ruchu podczas przesączania cieczy. Okazało się, że podczas przesączania oleju, z dodatkiem cieczy przyspieszających reakcję addycji, tworzy się doskonale produkt addycji. W razie potrzeby olej przesączony można wielokrotnie przeprowadzić przez tę samą warstwę mocznika lub tiomocznika, aż do osiągnięcia pożądanego rezultatu. Produkt addycji można w tym samym urządzeniu przepłukać odpowiednim rozpuszczalnikiem, aby z niego usunąć nadmiar nieprzyłączono- go oleju.

Wytwarzanie produktów addycji w sposób według wynalazku, stanowi znaczne uproszczenie dotychczasowego sposobu postępowania oraz urządzeń potrzebnych do tego celu.

W pewnych przypadkach okazało się korzystne wykonywanie wynalazku w myśl zasady prądów przeciwnych. A mianowicie: świeży olej można przeprowadzić przez warstwę mocznika lub tiomocznika w której znajduje się znaczna ilość już wytworzonego adduktu w celu dokładnego wykorzystania całej ilości mocznika lub tiomocznika zaś olej z którego grupa węglowodorów lub ich pochodnych zdolnych do tworzenia adduktów została już w znacznym stopniu usunięta, można przeprowadzić przez warstwę świeżego mocznika lub tiomocznika.

W przypadkach, gdy chodzi o wykorzystanie bardzo subtelnych różnic w zdolności węglowodorów lub ich pochodnych tworzenia adduktów z mocznikiem lub tiomocznikiem w celu ich frakcjonowania, sposób według wynalazku pozwala łatwiej niż sposoby znane, na precyzyjne ustalenie czasu zetknięcia oleju z mocznikiem lub tiomocznikiem przez odpowiedni dobór sumarycznej wysokości warstwy ewentualnie w szeregu elementów aparatury. Natomiast w przypadku w którym addycja zachodzi wolniej sposób według

wynalazku można wykonywać przez cyrkulowanie oleju przez warstwę mocznika lub tiomocznika w obiegu zamkniętym.

Przykład. 700 g nafty (ciężar właściwy $15^{\circ}\text{C} = 0,838$, granice wrzenia $161\text{--}283^{\circ}\text{C}$, temperatura mętnienia $= 36^{\circ}\text{C}$, temperatura krzepnięcia $= 43^{\circ}\text{C}$, $n_D^{20} = 1,4635$) z ropy parafinowej zmieszano z 63 g metanolu i przesączono 12 razy, zawracając przesącz przez warstwę 350 g mocznika, umieszczoną na lejku Büchnera, stosując ssanie pompką wodną. Po każdym sączeniu pobierano próbkę 10 ml przesączu. Przesącz końcowy i pobrane próbki wymyto dwukrotnie wodą destylowaną i wysuszono nad bezwodnym Na_2SO_4 . Dla otrzymanych frakcji oznaczono współczynnik załamania światła oraz temperatury mętnienia i krzepnięcia jako miarę usunięcia węglowodorów n-parafinowych (patrz tablica).

Tablica

Filtrowano (razy)	Właściwości przesączu		
	temperatura mętnienia $^{\circ}\text{C}$	temperatura krzepnięcia $^{\circ}\text{C}$	n_D^{20}
1	— 45,5	— 64,0	1.4688
2	— 47,0	— 70,0 (pl)	1.4699
3	— 53,0	— 70,0 „	1.4705
4	— 56,0	— 70,0 „	1.4709
5	— 60,0	— 70,0 „	1.4712
6	— 60,0	— 70,0 „	1.4712
.	.	.	.
.	.	.	.
.	.	.	.
12	— 60,0	— 70,0 (pl)	1.4715

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania produktów addycji węglowodorów lub ich pochodnych z mocznikiem lub tiomocznikiem przez działanie na mocznik lub tiomocznik olejem rozcieńczonym w miarę potrzeby, z którego ma się wydzielić pewną grupę węglowodorów lub ich pochodnych, w obecności wody lub alkoholu lub innych

substancji przyspieszających reakcję, znamien-
ny tym, że olej przeprowadza się przez war-
stwę stałego mocznika lub tiomocznika.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że
stosuje się kolejno szereg warstw mocznika
lub tiomocznika.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamienny tym, że
przez warstwę lub szereg warstw mocznika lub

tiomocznika przeprowadza się wielokrotnie ten
sam olej.

4. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że
olej przeprowadza się przez szereg warstw
mocznika lub tiomocznika według zasady prą-
dów przeciwnych.

P o l s k a A k a d e m i a N a u k

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych