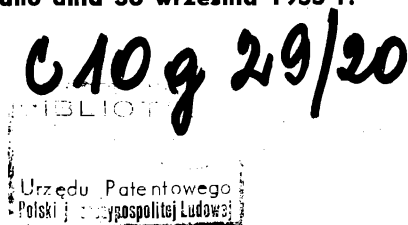


Opublikowano dnia 30 września 1955 r.



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 38182

Kl. 23 b, 2/01

Polska Akademia Nauk *)

Warszawa, Polska

Sposób rozkładania 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 sposób, w który prowadzi się rozkład produktów addycji, posiada doniosłe znaczenie.

W znany sposób addukty rozkłada się przez działanie wodą, która rozpuszczając mocznik lub tiomocznik uwalnia węglowodory lub ich pochodne. Sposób ten posiada tę wadę, że otrzymuje się wodny roztwór mocznika lub tiomocznika wymagający odparowania. Inny znany sposób polega

na ogrzewaniu adduktu do temperatury rozkładu. Wadą tego sposobu jest narażanie mocznika lub tiomocznika na rozkład i izomeryzację.

Istotą wynalazku jest sposób rozkładania produktów addycji węglowodorów lub ich pochodnych z mocznikiem lub tiomocznikiem przez ekstrakcję za pomocą odpowiedniego rozpuszczalnika, który posiada dużą zdolność rozpuszczania węglowodorów lub ich pochodnych a praktycznie nie rozpuszcza mocznika lub tiomocznika. Okazało się bowiem, że przy zastosowaniu odpowiedniego rozpuszczalnika oraz dobraniu temperatury jego działania można rozłożyć całkowicie produkt addycji tak, że pozostanie sam mocznik lub tiomocznik przy czym strata mocznika lub tiomocznika jest znikoma. Jako rozpuszczalniki mogą służyć do tego celu węglowodory nasycone lub aromatyczne lub ich mieszaniny o wielkości cząsteczki C_6-C_{16} zależnie od ciężaru cząsteczkowego adduktu albo też rozpuszczalniki organiczne zawierające tlen, chlor lub azot.

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

Ekstrakcję prowadzi się w dowolny znany sposób zwłaszcza przez przesączanie rozpuszczalnika przez warstwę adduktu lub cyrkulację rozpuszczalnika w obiegu zamkniętym aż do osiągnięcia stanu równowagi. Szczególnie korzystne okazało się postępowanie w myśl zasady prądów przeciwnych stosowane przy wielu znanych ekstrakcjach przemysłowych, jak również przemycanie w sposób ciągły świeżo wykroplonym rozpuszczalnikiem na zasadzie działania aparatu Soxhletta.

Sposób według wynalazku posiada tę przewagę nad sposobem znanym polegającym na rozpuszczaniu adduktu mocznika lub tiomocznika w wodzie, że regeneruje mocznik lub tiomocznik w stanie stałym wobec czego odparowanie wodnych roztworów jest zbędne.

Okazało się, że rozkład produktów addycji pod działaniem rozpuszczalników jest reakcją selektywną, a mianowicie w pierwszej kolejności przechodzą do rozpuszczalnika związki o niższym ciężarze cząsteczkowym. Dzięki temu sposób według wynalazku może być wykorzystany do dalszego frakcjonowanego rozdziału węglowodorów lub ich pochodnych znajdujących się w postaci adduktu z mocznikiem lub tiomocznikiem.

Przykład. 114,5 g produktu addycji mocznika i wysokokrzepnących węglowodorów zawartych w ciężkim oleju parafinowym (ciężar właściwy $55^{\circ}\text{C} = 0,894$, temperatura krzepnięcia $= +43^{\circ}\text{C}$, temperatura zapłonu $= 232^{\circ}\text{C}$, lepkość w $50^{\circ}\text{C} = 60,26$ cSt) poddano ekstrakcji benzyną normalną a następnie benzenem w aparacie Soxhletta o pojemności 350 ml. Podczas ekstrakcji notowano ilość opróżnień naczynia ekstrakcyjnego, a od czasu do czasu wymieniano rozpuszczalnik. Z otrzymanych ekstraktów oddestylowano rozpuszczalnik otrzymując szereg frakcji parafiny, dla których oznaczono temperaturę krzepnięcia (patrz tablica). W przypadku ekstraktów benzenowych przed oddestylowaniem rozpuszczalnika wydzielano wykrystalizowany mocznik którego sumaryczna ilość wyniosła 9,8 g. Pozostały po ekstrakcji mocznik ważył 86,3 g i z łatwością rozpuszczał się w zimnej wodzie.

Tablica

Frakcja Nr	Parafina		Rozpuszczalnik	
	Ilość g	Temperatura krzepnięcia $^{\circ}\text{C}$	Rodzaj	Ilość opróżnień naczynia ekstrakcyjnego a 350 ml
1	0,35	42	benzyna normalna	3
2	0,4	45	"	3
3	0,4	46	"	3
4	0,5	48	"	6
5	0,4	52	"	12
6	0,4	56	benzen	3
7	0,9	56	"	9
8	2,3	56	"	18
9	2,5	56	"	30
10	4,0	60	"	60
11	3,0	62	"	30
12	1,5	65	"	55

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób rozkładania produktów addycji węglowodorów lub ich pochodnych z mocznikiem lub tiomocznikiem, znamienny tym, że na produkty addycji działa się rozpuszczalnikiem posiadającym dużą zdolność rozpuszczania olejów.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że szereg partii produktu addycji traktuje się kolejno szeregiem porcji rozpuszczalnika z zachowaniem zasady prądów przeciwnych.
3. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że na produkty addycji działa się w sposób ciągły świeżo wykroplonym rozpuszczalnikiem który równocześnie poddaje się destylacji.
4. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że na produkty addycji działa się porcjami rozpuszczalnika określonej wielkości tak, aby z poszczególnych porcji otrzymać różne węglowodory lub ich pochodne.

Polska Akademia Nauk

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych