



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

197565

(11) (B1)

(22) Přihlášeno 03 05 77

(21) (PV 2903-77)

(40) Zveřejněno 31 08 79

(45) Vydáno 28 11 80

(51) Int. Cl.³

C 07 C 7/04;

C 07 C 15/02

[75]

Autor vynálezu

KONDELÍK Petr Ing. CSc., PAŠEK Josef doc. Ing. CSc., Praha,
VEČEŘA Kamil Ing., SIROTKOVÁ Věra Ing., Brno a
LACO Ján Ing., Predajná

[54] Způsob dělení reakční směsi z výroby alkylbenzenu

1

Vynález se týká způsobu dělení reakční směsi z výroby alkylbenzenu o délce postranního řetězce s počtem uhlíků 10 až 13 pomocí vakuové destilace.

Alkylbenzen s alkylovým řetězcem o délce 10 až 13 uhlíků se vyrábí jako meziprodukt pro výrobu detergentů nejčastěji alkylací benzenu alkylchloridy za katalýzy chloridem hlinitým. Alkylační činidlo se získává chlorací směsí n-alkanů do obsahu 0,15 až 0,50 molů Cl_2 /mol alkanu. Reakční směs po oddělení katalyzátoru a promytí se zbaví přebytkového benzenu destilací za normálního tlaku, zbytek se destiluje zpravidla na dvou kolonách za vakua. Na první z těchto kolon se oddělí alkan, který se vrací do reakce, na druhé koloně se destiluje alkylbenzen od výševroucích zbytků. Předností tohoto postupu je jednoduchost. Značnou nevýhodou je však malá účinnost.

Obě destilované frakce, alkan a alkylbenzen, jsou tvořeny velkým množstvím látek. Základní surovina — směs n-alkanů — obsahuje zpravidla pouze 4 uhlovodíky: dekan, undekan, dodekan a tridekan. Recyklovaný alkan, který se destiluje na první vakuové koloně, však obsahuje řadu dalších látek. Jedná se především o alkylbenzeny s alkylem o počtu uhlíků 3 až 7, které vznikají v průběhu alkylace vedlejšími štěpnými reakcemi.

2

Další látky přítomné v destilovaném vratném alkanu, které vznikají jako produkty vedlejších reakcí v průběhu alkylace, jsou izoparafíny. Recyklováním alkanu v procesu syntézy alkylbenzenu dochází ke kumulaci nižších alkylbenzenů a izoparafínů ve vratném alkanu a jejich obsah se ustáluje na hodnotě 5 až 20 % v závislosti na způsobu vedení alkylace.

Podobně i alkylbenzenová frakce obsahuje kromě požadovaných fenylalkanů řadu dalších sloučenin. V množství 10 až 20 % jsou v destilovaném alkylbenzenu obsaženy dialkylindany a dialkyltetraliny, vznikající buď z dichloralkanů reakcí s jedinou molekulou benzenu, nebo disproportionací alkylbenzenu. Alkylbenzeny s krátkým alkylovým řetězcem, které se recyklují do chloračního stupně v alkanové frakci, se chlorují v postranním řetězci a alkylací poskytují buď deriváty indanu a tetralinu, nebo nízkomolekulární difenylalkany, které bodem varu odpovídají alkylbenzenové frakci.

Popsaná složitost směsi způsobuje obtíže při destilačním dělení. V oblasti mezi tridekanem, který je nejvýše vroucí složkou alkanové frakce a decylbenzenem, který je naopak nejnižší vroucím alkylbenzenem, vře řada látek, přítomných v reakční směsi: heptyl, oktyl a nonylbenzeny, etyltetralin aj.

Z hlediska dalšího použití alkylbenzenu ve výrobě alkylbensulfonové kyseliny, jejíž soli jsou široce používanými tenzidy, je nutno izolovat alkylbenzenovou frakci dokonale zbavenou alkanů, které představují nesulfonovatelný podíl, a navíc se projevují v produktu nepříjemným zápachem.

Na druhé straně je rovněž nutno zabránit v maximální míře recyklování alkylbenzenů do procesu. Výše popsanými reakcemi vznikají z těchto látek produkty, které zhoršují barvu i zápach finálního alkylbensulfonanu.

Uvedené nedostatky odstraňuje podle vynálezu způsob dělení reakční směsi z výroby alkylbenzenu o délce postranního řetězce s počtem uhlíků 10 až 13 pomocí vakuové rektifikace. Jeho podstata spočívá v tom, že se oddělování alkanu od alkylbenzenu provádí ve dvou kolonách, přičemž v první koloně se získává vakuovou destilací čistý alkan, přičemž patový produkt této kolony se zbavuje zbytkového obsahu alkanu v druhé koloně, jejíž destilát se recykluje do nástřiku první kolony.

Podle dalšího významu vynálezu se destilát druhé kolony recykluje jen částečně, přičemž se druhá část destilátu odvádí ven.

Podle vynálezu se dosáhne dokonalého dělení alkanové frakce od alkylbenzenu zařazením další destilační kolony, do které se nástřikuje zbytek z vařáku alkanové kolony, který obsahuje 0,5 až 3 % alkanů. V této doplňkové koloně, která se označuje jako druhá alkanová kolona, se pracuje s refluxním poměrem 5 až 15 v závislosti na obsahu alkanu v nástřiku na tuto kolonu. Destilát, odcházející z této kolony, obsahuje cca 50 % parafínů, převážně tridekanu, zbytek tvoří alkylbenzeny s počtem 7 až 10 uhlíků v postranním řetězci a některé další látky. Zby-

tek z druhé kolony s obsahem méně než 0,05 % parafínů, se nástřikuje na kolonu, na které se za sníženého tlaku destiluje alkylbenzen.

Množství destilátu, odtahované z druhé alkanové kolony, je malé. Proto i při vysokém refluxním poměru má druhá alkanová kolona nízkou spotřebu tepla. Destilát z druhé alkanové kolony je možno vracet do nástřiku první alkanové kolony, je však výhodné jej zčásti z provozu odstraňovat. Použití dvou kolon na oddělení alkanu od alkylbenzenu dovoluje snížit dělicí účinnost první alkanové kolony ve srovnání s destilací alkanu na jediné koloně, například snížením jejího refluxního poměru. Snížení refluxního poměru na této koloně má za následek snížení spotřeby tepla, což se projeví tím, že celková energetická spotřeba oddělení alkanu z reakční směsi se zařazením druhé alkanové kolony v podstatě nezmění.

Způsob podle vynálezu je v dalším blíže popsán na konkrétním příkladu provedení. **Příklad**

Směs obsahující 24 hmot. % alkylbenzenu, 72 hmot. % alkanu a 4 hmot. % výševroucích polykondenzátů byla rektifikována na systému dvou destilačních kolon, z nichž první měla účinnost odpovídající 15 teoretickým patrům, druhá 10 teoretickým patrům. Směs byla nástřikována na první kolonu, která pracovala za tlaku na hlavě 17 kPa, ze které destiloval při teplotě 145 °C alkan. Zbytek první kolony, který obsahoval 1,75 hmot. % parafínů, tvořených ze 70 % tridekanem, byl nástřikován do druhé kolony, která pracovala s tlakem 17 kPa na hlavě a s refluxním poměrem 10. Z této kolony destilovala při teplotě 180 °C na hlavě směs, obsahující 40 hmot. % parafínů. Zbytek druhé kolony obsahoval méně než 0,03 hmot. % parafínů.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob dělení reakční směsi z výroby alkylbenzenu o délce postranního řetězce s počtem uhlíků 10 až 13 pomocí vakuové rektifikace, vyznačující se tím, že se oddělování alkanu od alkylbenzenu provádí ve dvou kolonách, přičemž v první koloně se získává vakuovou destilací čistý alkan, přičemž patový produkt této kolony se zbavuje zby-

kového obsahu alkanu v druhé koloně. Jejíž destilát se recykluje do nástřiku první kolony.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že destilát druhé kolony se recykluje jen částečně, přičemž se druhá část destilátu odvádí ven.