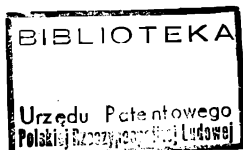


Opublikowano dnia 1 lutego 1956 r.



C 10 R 1/08

POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 36937

Kl. 26 d, 9/30

Centralne Laboratorium Gazownictwa *)

(Warszawa, Polska)

Sposób regenerowania tetraliny z mieszaniny otrzymywanej przy usuwaniu naftalenu tetraliną z gazu węglowego

Udzielono patentu z mocą od dnia 11 sierpnia 1953 r.

Wynalazek dotyczy regenerowania tetraliny z mieszaniny otrzymywanej przy wymywaniu naftalenu, tetraliną z gazu węglowego.

Dotychczas, przy stosowaniu tetraliny do usuwania z gazu naftalenu, używano dwu sposobów. Albo wymywano naftalenen z gazu metodą „Otto” w płucze zawierającej tetralinę, albo wtryskiwano ją do przewodów gazowych, gdzie zbierała się po wymyciu naftalenu w odwadniaczach. Tak w pierwszym jak i w drugim przypadku otrzymuje się gęstą mieszaninę, która dotychczas nie ma żadnego zastosowania, mimo, że zawiera cenne składniki. Jako bezużyteczną ciecz wylewano ją do kanałów.

Mieszanina ta ma postać cieczy ciemnobrunatnej o ciężarze właściwym 0,993 — 0,998 w 20°C. Zawiera ona około 30% naftalenu, znikomą ilość

wody, około 3% oleju lekkiego i około 5% olei ciężkich i smoł, resztę stanowi tetralina.

Próby czynione w przemyśle, aby z tej mieszaniny uzyskać przez destylację z powrotem tetralinę którą by można użyć ponownie do wymywania naftalenu, nie dawały wyników z powodu nieprężności par naftalenu oraz tetraliny, jak również ich temperatury wrzenia leżą w pobliżu siebie.

Próbowano również przez wymrażanie wysoconej naftalenen tetraliny usunąć naftalenen, jednak sposób ten nie znalazł żadnego zastosowania, gdyż musiano stosować zbyt niskie temperatury, aby z gęstej mieszaniny, zawierającej również ciężkie oleje i smoły, móc usunąć naftalen, a poza tym otrzymywano zarówno naftalen jak i tetralinę mocno zanieczyszczone o zbyt niskiej wartości technicznej.

Sposób według wynalazku rozwiązuje problem regeneracji tetraliny z omawianej mieszaniny. Sposób polega na przeprowadzaniu destylacji

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcami wynalazku są mgr inż. Eugeniusz Daniec oraz Jerzy Naczyński.

frakcjonowanej w ściśle określonych warunkach i następnym wymrażaniu uzyskanych frakcji najbogatszych w tetralinę. Sposób wynaleziono zakładając, że mimo dotychczasowych niepowodzeń będzie można znaleźć takie warunki destylacji, w których uzyska się frakcje dostatecznie bogate w tetralinę. Analiza krzywych prężności par tetraliny i naftalenu oraz fakt, że naftalen z tetraliną nie tworzą azeotropów, pozwalały przypuszczać, iż założenie takie jest słuszne. Przypuszczano dalej, że uzyskane frakcje, nawet jeśli będą zawierały jeszcze spore ilości naftalenu, można będzie uwolnić od niego przez wymrażanie, frakcje te bowiem nie będą zawierały zanieczyszczeń w postaci ciężkich olei i smół, które utrudniają usuwanie naftalenu przez wymrażanie z surowej mieszaniny.

Stwierdzono, że można uzyskać tetralinę technicznie czystą z mieszaniny otrzymywanej przy usuwaniu naftalenu tetraliną z gazu węglowego, jeśli mieszaninę poddać destylacji pod ciśnieniem atmosferycznym, stosując kolumnę z wypełnieniem lub półkową, odpowiadającą 17 — 22 półkom teoretycznym oraz zaopatrzoną w taki deflegmator, który zapewnia odciek w stosunku do ilości destylatu od 3:1 do 10:1, zależnie od pierwotnego składu mieszaniny destylowanej oraz od zbieranej frakcji, zbierając frakcje destylujące w granicach temperatur 202 — 206°C oraz 206 — 209°C i poddając je wymrażaniu w temperaturach —5°C do —8°C. Wykryształizowany naftalen oddziela się następnie przez filtrowanie, lub odwirowywanie.

Przykład. Destylację mieszaniny otrzymywanej przy usuwaniu naftalenu tetraliną z gazu węglowego przeprowadzono w aparaturze składającej się z kotła w kształcie leżącego cylindra długości 9 m, średnicy 2,2 m, ogrzewanego 4-ma niezależnie regulowanymi palnikami gazowymi. Kocioł był izolowany watą szklaną i obmurowany. Na kotle znajdowała się kolumna również

izolowana watą szklaną. Wysokość kolumny 9 m, średnicą 1 m. Wypełnienie kolumny stanowiło 5 warstw pierścieni Raschiga o grubości 1 m każda. Za kolumną znajdował się deflegmator oraz chłodnica. Aparatura ta odpowiadała 18 półkom teoretycznym.

W czasie destylacji zalewano kolumnę kondensatem przy stosunku ilości odcieku do ilości destylatu w granicach 4:1 do 7:1. Zbierano dwie frakcje destylujące w granicach temperatur 202 — 206°C i 206 — 209°C. Pierwsza frakcja zawierałaledwie 1,2% naftalenu druga 5%. W celu usunięcia tych ilości naftalenu pierwszą frakcję wymrażano do temperatury —8°C a drugą do temperatury —5°C i odsączano wykryształizowany naftalen. Po usunięciu naftalenu frakcje zawierały już tylko poniżej 1% naftalenu, który można całkowicie usunąć w temperaturach poniżej —12°C.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób regenerowania tetraliny, z mieszaniny otrzymywanej przy usuwaniu naftalenu tetraliną z gazu węglowego przez destylację frakcjonowaną, znamieny tym, że destylację prowadzi się pod ciśnieniem atmosferycznym, stosując kolumnę z wypełnieniem lub półkową, odpowiadającą 17 — 22 półkom teoretycznym oraz zaopatrzoną w taki deflegmator, który zapewnia odciek w stosunku do ilości destylatu od 3:1 do 10:1, zależnie od pierwotnego składu mieszaniny destylowanej oraz od zbieranej frakcji, przy czym zbiera się frakcje destylujące w granicach temperatur 202 — 206°C oraz 206 — 209°C, które następnie poddaje się wymrażaniu w temperaturach —5°C do —8°C i oddziela przez filtrowanie lub odwirowanie wykryształizowany naftalen.

Centralne Laboratorium
Gazownictwa