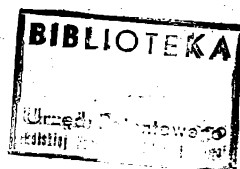


C07C 1/02



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

Nr 46246

Kl. 12 o, 1/04
Kl. internat. C 07 c

Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej *)

Blachownia Śląska, Polska

Sposób usuwania tiofenu z benzenu i jego homologów oraz z frakcji i mieszanin zawierających te związki

Patent trwa od dnia 27 stycznia 1962 r.

Znane sposoby oczyszczania benzenu i innych węglowodorów od tiofenu polegają głównie na rafinacji kwasowej przy użyciu kwasu siarkowego o różnym stężeniu, na hydrrafinacji oraz na zastosowaniu takich metod jak częściowe chlorowanie, częściowa alkilacja, polimeryzacja pod ciśnieniem itd.

Najczęściej benzen stabilizowany lub benzen surowy koksoowniczy oczyszcza się od tiofenu na drodze rafinacji kwasowej. Benzen oczyszczony tym sposobem zawiera jeszcze związki siarkowe, to znaczy tiofen i dwusiarczek węgla w ilości około 0,1% w przeliczeniu na siarkę. Z tych względów benzen otrzymany na drodze rafinacji kwasowej nie zawsze stanowi pełno-

wartościowy pod względem jakości surowiec do syntezy chemicznej.

Sposób według wynalazku eliminuje powyższe niedogodności i umożliwia otrzymywanie benzenu wolnego od tiofenu.

Usuwanie tiofenu z benzenu i innych węglowodorów sposobem według wynalazku prowadzi się za pomocą kwasu siarkowego z dodatkiem aldehydów niższych węglowodorów parafinowych, np. aldehydu mrówkowego, paraformaldehydu, aldehydu octowego, paraaldehydu, aldehydu propionowego itd., oraz związków fenolowych, jak np. fenolu, krezolu, ksylenoli i innych związków fenolowych.

Tiofen ze związkami fenolowymi i aldehydami tworzy żywice fenolowo-aldehydowo-tiofenowe. Żywice te są nierozpuszczalne w węglowodorach aromatycznych i mogą być usunięte ze środowiska reakcji przez odstawanie, dekantację odwirowanie lub w inny znany sposób.

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są doc. Zygmunt Lisicki, mgr inż. Witold Tęcza, inż. Józef Kula i mgr Wiesława Orzechowska.

W tym celu surowy benzol lub frakcje zawierające benzen lub odpowiednie węglowodory traktuje się fenolami, kwasem siarkowym i aldehydami, miesza intensywnie i pozwala na odstanienie.

Rafinat oddziela się od powstałych kwaśnych żywic, przemycza wodą, zobojętnia, ponownie przemycza wodą i poddaje rektyfikacji.

Podane poniżej przykłady wyjaśniają bliżej wynalazek.

Przykład 1. Do 120 części objętościowych benzenu surowego dodaje się 0,1—0,2% fenoli i mieszaninę złożoną z 0,5 części wagowych stężonego kwasu siarkowego ($d = 1,84$) oraz 0,8 części wagowych aldehydu octowego. Po intensywnym wymieszaniu rafinat przemycza się wodą, ługiem sodowym, ponownie wodą, a następnie poddaje rektyfikacji. W wyniku tej jednorazowej operacji oczyszczania zawartość siarki w benzenie zmniejsza się z około 0,34% do około 0,01—0,03%.

Przykład II. Do 200 g surowego benzenu, zawierającego około 0,2% tiofenu, dodaje się 0,02% fenolu oraz 4% stężonego kwasu siarkowego i 1% paraformaldehydu. Po wymieszaniu

w temperaturze około 40°C rafinat przemycza się wodą, ługiem sodowym, ponownie wodą i poddaje rektyfikacji. Otrzymany w ten sposób rafinat posiada liczbę bromową równą 0 i jest wolny od tiofenu, zawierając jedynie ślady połączeń siarkowych.

Przykład III. Do 120 części wagowych benzenu surowego zawierającego 0,025% CS_2 oraz 0,19% tiofenu dodaje się (w % wagowych) 0,05—0,5% trójkrezolu, 0,85% stężonego kwasu siarkowego oraz 0,37% aldehydu octowego. Po intensywnym mieszanii oddziela się kwaśne żywice, przemycza rafinat wodą, ługiem sodowym i ponownie wodą, a następnie poddaje rektyfikacji. Otrzymany benzen jest wolny od tiofenu.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób usuwania tiofenu z benzenu i jego homologów oraz z frakcji i mieszanin zawierających te związki przez traktowanie kwasem siarkowym i aldehydami, znamienny tym, że proces prowadzi się w obecności związków fenolowych.

Instytut
Ciężkiej Syntezy Organicznej