

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

55805

Patent dodatkowy
do patentu _____

Kl. 12 o, 1/04

Zgłoszono: 02.IV.1966 (P 113 835)

Pierwszeństwo: _____

MKP C 07 c 7/00

Opublikowano: 10.VIII.1968

UKD

Twórca wynalazku: dr inż. Jacek Młochowski

Właściciel patentu: Politechnika Wrocławska, Wrocław (Polska)

Sposób rafinowania surowego naftalenu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób rafinowania surowego naftalenu za pomocą kwasu siarkowego z dodatkiem styrenu.

Dotychczas znany i najczęściej stosowany sposób rafinacji naftalenu polega na płukaniu naftalenu najpierw stężonym kwasem siarkowym w temperaturze 90—100°C, następnie wodą i ługiem, po czym otrzymany produkt poddaje się rektyfikacji. Metoda ta nie zapewnia jednak dokładnego usunięcia z naftalenu zanieczyszczeń zawierających siarkę w postaci tionaftenu. Znane jest również rafinowanie naftalenu kwasem siarkowym z dodatkiem formaliny lub paraformaldehydu. W warunkach tych zanieczyszczenia w postaci tionaftenu ulegają kondensacji z formaldehydem dzięki czemu można usunąć większą część związków siarki. Jednak lotność formaldehydu i jego szkodliwy wpływ na organizm ludzki stwarzają niekorzystne warunki bezpieczeństwa i higieny pracy. Podczas rektyfikacji naftalenu oczyszczonego metodą formaldehydową występuje korozja urządzeń rektyfikacyjnych, co również znacznie obniża wartość użytkową tej metody.

Stwierdzono, że tionaften i naftalen mogą kopolimeryzować wobec kwasu siarkowego jako katalizatora z niektórymi związkami aromatycznymi o charakterze nienasyconym, na przykład indenem i styrenem. Tionaften z racji budowy swojej cząsteczki ulega kopolimeryzacji łatwiej niż naftalen i właściwość tę wykorzystano do usu-

2

wania tionaftenu z naftalenu surowego przez tworzenie nielotnych kopolimerów ze styrenem. W celu selektywnego skopolimeryzowania tionaftenu, ilość dodawanego styrenu nie powinna przekraczać 10% wagowych w stosunku do naftalenu poddawanego rafinacji. W przeciwnym razie zwiększają się nadmiernie straty naftalenu na skutek jego kopolimeryzacji ze styrenem.

Sposobem według wynalazku, do rafinowanego stopionego naftalenu wprowadza się 1—10%, najkorzystniej około 3% wagowych styrenu. Rafinację prowadzi się w temperaturze 80—120°C, najkorzystniej 100°C, w obecności 80—100%-ego kwasu siarkowego, działającego z jednej strony jako środek rafinujący, a z drugiej strony jako czynnik katalizujący kopolimeryzację zanieczyszczeń siarkowych. Kwas siarkowy wprowadza się w ilości 5% wagowych w stosunku do naftalenu. Powstające podczas rafinacji kwasy sulfonowe usuwa się po odstaniu wraz z warstwą kwasu siarkowego, a pozostający naftalen płucze się wodą i roztworem NaOH jak normalnie po rafinacji kwasowej. Produkty kopolimeryzacji ze styrenem pozostają rozpuszczone w naftalenie z którego usuwa się je na drodze destylacji.

Proces rafinacji naftalenu sposobem według wynalazku przebiega następująco: Do stopionego naftalenu zawierającego zwykle 0,3—0,7% siarki, znajdującego się w cylindrycznym płuczniku z dnem stożkowym zaopatrzonym w mieszałko i u-

rzządzenie grzewcze, wprowadza się podczas intensywnego mieszania styren, ustala temperaturę około 100°C i wlewa 95% kwas siarkowy w ilości 5% wagowych w stosunku do naftalenu. Czas rafinacji w zależności od intensywności mieszania wynosi 1—30 minut (optymalnie 3 minuty). Po rafinacji mieszaninę pozostawia się w spokoju i po oddzieleniu warstwy kwasowej z zanieczyszczeniami w postaci kwasów sulfonowych płucze naftalen gorącą wodą w ilości 10% wagowych w stosunku do naftalenu, a następnie gorącym 10% roztworem NaOH w ilości 10% wagowych w stosunku do naftalenu. Przemity naftalen poddaje się rektyfikacji w celu oddzielenia zanieczyszczeń w postaci produktów kopolimeryzacji tionaftenu ze styrenem odbierając destylat wrzący w granicach 217—219° C będący czystym naftalenenem, a nielotne kopolimery pozostają w kotle w postaci ciekłej żywicy. Otrzymuje się naftalen o wysokiej czystości, wykazujący temperaturę krzepnięcia $\geq 79,7^{\circ}\text{C}$ i zawartość siarki poniżej 0,1%.

Sposób kopolimeryzacyjnej rafinacji naftalenu pozwala uzyskać naftalen wysokiej jakości. Sposób prowadzenia rafinacji gwarantuje dobre warunki bezpieczeństwa i higieny pracy, gdyż temperatura wrzenia styrenu jest o kilkadziesiąt stopni wyższa od temperatury prowadzenia pro-

cesu. Aparatura rektyfikacyjna nie jest narażona na korozję, ponieważ rektyfikacji poddaje się mieszaninę naftalenu i nielotnych polimerów. Pozostałość porektyfikacyjna jest ciekła i daje się łatwo usunąć z urządzeń rektyfikacyjnych. Szybkość polimeryzacji jest duża i po rozpuszczeniu się styrenu w naftalenie polimeryzacja zachodzi prawie całkowicie już w pierwszych momentach po dodaniu kwasu. Podczas prowadzenia procesu należy mieszaninę intensywnie mieszać aby zapewnić maksymalną powierzchnię styku faz naftalen-kwas siarkowy.

Zastrzeżenia patentowe

- 15 Sposób rafinowania surowego naftalenu za pomocą kwasu siarkowego, **znamienny tym**, że rafinację stopionego naftalenu prowadzi się w temperaturze 80—120°C w obecności dodatku 1—10% wagowych styrenu w stosunku do naftalenu, po czym z mieszaniny porafinacyjnej oddziela się po odstaniu warstwę kwasu siarkowego wraz z zanieczyszczeniami w postaci kwasów sulfonowych, a pozostały naftalen po przemyciu wodą i ługiem sodowym poddaje destylacji w celu oddzielenia rozpuszczonych w nim zanieczyszczeń w postaci produktów kopolimeryzacji tionaftenu ze styrenem.
- 20
- 25