



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 19.02.74 (P. 168966)

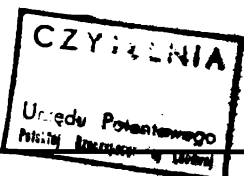
Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 01.09.75

Opis patentowy opublikowano: 31.12.1976

MKP C07c 13/18

Int. Cl.²
C07C 13/18



Twórcy wynalazku: Józef Borowiec, Mieczysław Słaboń, Adam Wierciak

Uprawniony z patentu: Zakłady Azotowe im. Feliksa Dzierżyńskiego,
Tarnów (Polska)

Sposób otrzymywania cykloheksanu o wysokiej czystości

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania cykloheksanu wysokiej czystości, przydatnego do celów analitycznych.

Dla otrzymania czystego cykloheksanu do celów analitycznych stosuje się metody oczyszczania cykloheksanu technicznego, zawierającego zanieczyszczenia zazwyczaj w postaci związków aromatycznych. W tym celu poddaje się cykloheksan techniczny rafinacji za pomocą stężonego kwasu siarkowego lub nisko procentowego dymiącego kwasu siarkowego. Innym znanym sposobem oczyszczania cykloheksanu technicznego jest sorpcja zanieczyszczeń na stałych sorbentach, na przykład na żelu krzemionkowym.

Jednakże rafinacja kwasem siarkowym posiada szereg wad szczególnie istotnych przy prowadzeniu procesu oczyszczania w skali przemysłowej, z których najważniejszą jest wieloetapowość procesu składającego się z rafinacji, przemysławania wodą, odwodnienia i destylacji. Do tego dołączają się problemy związane z gospodarką ściekową, głównie z odprowadzaniem kwasu po rafinacji, roztworze z neutralizacji i wód silnie zanieczyszczonych związkami organicznymi. Oczyszczanie na sorbencie, chociaż prostsze w realizacji na skalę przemysłową jest mniej skutecznym sposobem oraz wiąże się z dużymi kosztami eksploatacyjnymi i koniecznością częstej regeneracji sorbenta.

Sposób otrzymywania cykloheksanu o wysokiej czystości według wynalazku polega na przepuszczeniu

2

czaniu przez ciekły cykloheksan techniczny par cykloheksanu technicznego równolegle z wodorem a następnie kontaktowanie uchodzącej z ciekłego cykloheksanu mieszaniny par i wodoru z powierzchnią katalizatora uwodornienia. Natężenie strumienia par cykloheksanu doprowadzonego do ciekłego cykloheksanu ustala się w ten sposób, aby temperatura ciekłego cykloheksanu nie przekraczała 70°C, a korzystniej, aby temperatura ta utrzymywała się w granicach 40—70°C. Mieszaninę parowo-gazową po wyjściu z ciekłego cykloheksanu przegrzewa się do temperatury 140—180°C i pod normalnym ciśnieniem kontaktuje się z katalizatorem uwodornienia, stanowiącym korzystnie katalizator niklowy na nośniku z tlenku glinu.

Produkty reakcji uwodornienia ochładza się i oddziela otrzymany cykloheksan wysokiej czystości. Pozostały ciekły cykloheksan, przez który przepuszcza się mieszaninę parowo-gazową, w miarę nagromadzania się w nim zanieczyszczeń odprowadza się do przerobu na cykloheksan techniczny, a ubytek uzupełnia się świeżym cykloheksanem technicznym.

Zaletą wynalazku jest otrzymywanie cykloheksanu o wysokiej czystości, w sposób ciągły, przy niskich kosztach zużycia katalizatora a także przy braku odpadów, które należałoby odprowadzać do ścieków.

Przykład. Jako materiał wyjściowy stosowa-

no cykloheksan techniczny o następujących właściwościach:

temperatura krzepnięcia	— 3—4°C
gęstość w temperaturze 20°C	— 0,782 g/cm ³
współczynnik załamania światła w temp. 20°C	— 1,427
zawartość benzenu	— 0,5%
zawartość substancji nielotnych	— 4 ppm

Strumień par cykloheksanu technicznego o temperaturze 160°C przepuszczano w ilości 8,8 kg/godz cykloheksanu przez płuczkę z ciekłym cykloheksanem technicznym, za pośrednictwem bełkotki, utrzymując temperaturę ciekłego cykloheksanu w granicach 55—65°C. Równocześnie i współprądowo przez drugą bełkotkę wprowadzano do płuczki wódór odpadkowy, uprzednio pozbawiony zanieczyszczeń mechanicznych i rozpuszczonych w nim wysokowrzących substancji organicznych, o zawartości 85% objętościowo wodoru, z szybkością 12 Nm³/godzinę. Wytworzoną mieszaninę parowo-gazową cykloheksanu z wodorem, po wyjściu z płuczki przegrzano do temperatury 155—165°C, oraz skierowano do reaktora rurkowego, wypełnionego katalizatorem stanowiącym nikiel osadzony na tlenku glinu. Reakcję uwodornienia prowadzono w temperaturze 160°C, pod ciśnieniem normalnym.

Produkty uwodornienia schłodzone, skroplony cykloheksan oddzielono od gazów resztkowych i oddestylowano otrzymując 8,6 kg/godz cykloheksanu czystego o następujących właściwościach:

temperatura krzepnięcia	— 5,5°C
gęstość w temperaturze 20°C	— 0,778 g/cm ³
współczynnik załamania światła w temperaturze 20°C	— 1,426
zawartość benzenu	— 0,01% wagowo
zawartość substancji nielotnych	— brak.

Zastrzeżenia patentowe

Sposób otrzymywania cykloheksanu wysokiej czystości, przydatnego do celów analitycznych, 15 **znamienny tym**, że przez ciekły cykloheksan techniczny w płuczce przepuszcza się pary cykloheksanu technicznego w mieszaninie z wodorem utrzymując przy tym temperaturę ciekłego cykloheksanu w płuczce, korzystnie w granicach 40—70°C, 20 **a uchodzącą z płuczki mieszaninę parowo-gazową ogrzewa się do temperatury korzystnie 140—180°C i wprowadza w zetknięcie z katalizatorem stanowiącym korzystnie katalizator niklowy na nośniku z tlenku glinu, w końcu produkty reakcji uwodornienia ochładza się i oddziela czysty cykloheksan w znany sposób.** 25

Cena 10 zł.