



Patent dodatkowy
do patentu nr 46 246
Zgłoszono: 09.XII.1965 (P 111 962)
Pierwszeństwo: _____
Opublikowano: 8.III.1968

Kl. 12 a, 1/04

MKP C 07 C, 7/02

UKD

Współtwórcy wynalazku: doc. dr Zygmunt Lisicki, inż. Hubert Franik,
mgr Wiesława Orzechowska, mgr inż. Witold
Tęcza

Właściciel patentu: Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej,
Blachownia Śl. (Polska)

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

1

Przedmiotem patentu nr 46246 jest sposób usuwania tiofenu z benzenu i jego homologów oraz z frakcji i mieszanin zawierających te związki, polegający na traktowaniu surowca wyjściowego kwasem siarkowym z dodatkiem aldehydów (niższych węglowodorów parafinowych) oraz związków fenolowych jak np. fenolu, krezolu, ksylenoli i innych związków fenolowych. Tiofen ze związkami fenolowymi i aldehydami tworzy kwaśne żywice fenolowo-aldehydowo-tiofenowe, które są nierozpuszczalne w węglowodorach aromatycznych i które usuwa się ze środowiska reakcji przez odstanie, dekantację, odwirowanie lub inny znany sposób. Rafinat uwolniony od tiofenu poddaje się po przemyciu wodą neutralizacji środkami alkalicznymi i następnie rektyfikacji. Jakkolwiek sposób według patentu nr 46246 pozwala na znaczny stopień odsiarczenia benzenu, jednak wykazuje te niedogodności, że odpadowe kwaśne żywice trudno oddzielają się od warstwy węglowodorowej co powoduje duże straty benzenu. Poza tym żywice te osadzają się na ścianach reaktora, co dodatkowo komplikuje proces ich oddzielania oraz powoduje zatykanie się otworów spustowych w reaktorach.

Stwierdzono, że można uniknąć tych trudności jeżeli mieszaninę reakcyjną zawierającą żywice fenolowo-aldehydowo-tiofenowe najpierw zobojętnia się roztworem ługu sodowego, roztworem amoniaku lub innym środkiem alkalizującym do uzy-

2

skania odczynu roztworu o $\text{pH} \geq 7$, a następnie po odstaniu i rozdzieleniu się warstw, co następuje bardzo szybko, oddzieli od rafinatu.

Warstwę węglowodorową stanowiącą rafinat przemycia się wodą i poddaje destylacji otrzymując produkt o niskiej koncentracji tiofenu i niskiej liczbie bromowej.

W procesie rafinacji przeprowadzonym sposobem według wynalazku nie następuje oblepianie ścian reaktora żywicami porafinacyjnymi oraz dzięki dobremu rozdziałowi warstwy węglowodorowej od warstwy zneutralizowanych żywic unika się strat węglowodorów aromatycznych.

Przykład. 1000 kg benzenu technicznego o zawartości tiofenu 1000 mg/kg i liczbie bromowej 0,2 g/100 ml miesza się intensywnie w temperaturze 30°C przez 20 minut z 30 kg 96% kwasu siarkowego, następnie nie przerywając mieszania dodaje się 3 kg aldehydu octowego oraz 2,5 g m-krezolu i całość miesza przez dalsze 10 minut. Po upływie tego czasu całą mieszaninę neutralizuje się 15% roztworem ługu sodowego aż do uzyskania $\text{pH} > 7$. Moment prawidłowego zneutralizowania mieszaniny reakcyjnej wskazuje między innymi zmiana barwy tej mieszaniny z ciemnej na pomarańczowo-żółtą. Po 15 minutowym odstaniu i rozdzieleniu się warstw, oddziela się dolną warstwę zneutralizowanych żywic a warstwę węglowodorową przemycia się wodą i poddaje rektyfikacji otrzymując benzen o zawartości tiofenu

3

około 1 mg/kg i liczbie bromowej 0,00 g/100 ml.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób usuwania tiofenu z benzenu i jego homologów oraz z frakcji i mieszanin zawierających te związki przez traktowanie kwasem siarkowym i aldehydami w obecności związków fe-

4

nolowych według patentu nr 46246 **znamienny** **5** **tym**, że bezpośrednio po rafinacji mieszaninę reakcyjną zawierającą kwaśne żywice fenolowo-aldehydowo-tiofenowe najpierw traktuje się środkiem alkalizującym do uzyskania wartości $\text{pH} \geq 7$, a następnie po odstaniu oddziela od warstwy węglowodorów aromatycznych stanowiących rafinat.