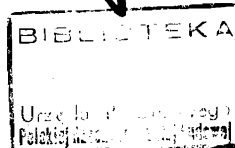


URZĄD PATENTOWY



C 10g 43/04



2

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 20771.

Kl. 23 b, 2/01.

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
(Frankfurt n. M., Niemcy).

Sposób wydzielania parafiny i substancji woskowych z olejów.

Zgłoszono 24 września 1932 r.

Udzielono 22 listopada 1934 r.

Pierwszeństwo: 16 października 1931 r. (Niemcy).

Przy wydzielaniu, drogą wymrażania, parafiny lub substancji woskowych z oleju skalnego, mazi, produktów ekstrakcji lub uwodorniania pod ciśnieniem, zwłaszcza zaś z frakcyj, zawierających olej smarowy, powstają często trudności, ponieważ wydzielony osad stanowi przeważnie mazistą masę, która daje się z trudem oddzielić od oleju przez odwirowanie lub sączenie.

Obecnie stwierdzono, że oddzielanie można przeprowadzić bez powyższych trudności, jeśli do olejów przerabianych dodać, przed ich oziębianiem, środków, które uzyskuje się przez kondensację lub polimeryzację wysokocząsteczkowych węglowodorów parafinowych, zwłaszcza wę-

glowodorów, zawartych w parafinie twardej lub miękkiej, ewentualnie, z dodatkiem węglowodoru cyklicznego. Można również jako produktów wyjściowych użyć, zamiast parafiny twardej lub miękkiej, cerezyn, wosku montanowego, ozokerytu i tym podobnych materiałów węglowodorowych. Kondensację wysokocząsteczkowego węglowodoru przeprowadza się najlepiej w ten sposób, że najpierw poddaje się go działaniu chlorowca, tlenu lub siarki, a następnie działaniu środka kondensacyjnego takiego, jak chlorek glinu, chlorek cynku, fluorek boru, chlorek żelaza, tlenochlorek fosforu, aktywowany glin, sól, pył cynkowy i podobne. Okazało się korzystnym przeprowadzanie kondensacji w obec-

ności środków adsorbcyjnych takich, jak ziemia bieląca, aktywny kwas krzemowy i podobne, ewentualnie razem z innymi środkami kondensacyjnymi. Można również gotowe produkty kondensacji poddać działaniu powyższych środków. W pewnych warunkach pożądane jest przeprowadzać kondensację w obecności substancji, hamujących reakcję, np. tlenku cynku, sodu, węglanu wapnia, amoniaku i tym podobnych. Kondensację względnie polimeryzację parafiny lub podobnych związków można również przeprowadzić przy pomocy prądu elektrycznego o wysokim napięciu i dużej częstotliwości.

Doskonałe środki dodatkowe uzyskuje się, jeśli wysokocząsteczkowe, bogate w wodór węglowodory albo ich związki chlorowcowe, tlenowe lub siarkowe kondensować z węglowodorami cyklicznymi. Nadaje się tu przedewszystkiem naftalen, a także inne frakcje smoły węglowej, jak surowy benzol, olej średni, olej antracenowy. Można również stosować oleje, zawierające związki cykliczne, uzyskane przez uwodornianie pod ciśnieniem, przez krakowanie lub odwodornianie.

Środki dodatkowe można również wytwarzać w ten sposób, iż wysokocząsteczkowe węglowodory parafinowe krakuje się ostrożnie albo też podstawia chlorowcem, tlenem lub siarką i podstawniki te odszczepia w postaci połączeń wodorowych lub węglowych, a następnie zawsze jeszcze wysokocząsteczkowe produkty, uzyskane takimi sposobami, polimeryzuje się lub kondensuje jak wyżej. Ilość środków, dodawanych w myśl wynalazku do olejów, zawierających parafinę lub substancje woskowe, waha się w bardzo szerokich granicach w zależności od rodzaju produktu wyjściowego i stopnia ochładzania. Ilość ta może wahać się od 0.1% do 40%, zwykle 0.5 ÷ 15%.

Materiały, krystalizujące przy oziębianiu oleju, oddziela się przez dekantację

albo też przy pomocy pras filtracyjnych lub wirówek. Z wirówek stałą masę usuwa się łopatami albo też przy pomocy innych znanych urządzeń, np. ślimaków. Można przytem stosować wirówki, w których oddzielany materiał wydziela się albo po stronie zewnętrznej, albo po wewnętrznej, w zależności od swego ciężaru właściwego.

Jeśli z przerabianego oleju wydziela się sposobem według wynalazku mieszaninę parafiny i asfaltu, można, w celu dalszego rozdzielenia tych składników, zadać mieszaninę płynnymi chlorowcowęglowodorami, np. trójchloroetylenem lub czterochlorkiem węgla, i roztwór po oziębieniu sączyć lub odwirować, przyczem parafinę otrzymuje się jako pozostałość, wolną od asfaltu. W pewnych warunkach korzystnie jest już przed wymrażaniem dodawać do przerabianego oleju rozpuszczalników, wymienionych wyżej lub innych, np. benzyny, skroplonych węglowodorów, ketonów, alkoholi albo mieszaniny benzolu i alkoholu.

Prócz przytoczonych rozpuszczalników można też dodawać środków, ułatwiających krystalizację parafiny, jak naftalenu, antracenu, ziemi bielącej, wapna i tym podobnych. Środki te działają jak zawiązki kryształów i przyspieszają wykryształowanie parafiny oraz materiałów woskowych.

Sposób według wynalazku nadaje się również do przeróbki gączy parafinowego, surowej parafiny, petrolatum lub surowego wosku montanowego.

Inna korzyść zastosowania sposobu według wynalazku polega na tem, że dodane środki nie tylko ułatwiają krystalizację parafiny, zatrzymując w roztworze substancje, przeszkadzające krystalizacji, lecz również, pozostawione w otrzymanym oleju, polepszają jego własności, obniżając znacznie punkt krzepnięcia i zmieniając w sposób korzystny przebieg krzywej lepkości oleju. Nie potrzeba zatem, po wykryształowaniu parafiny, usuwać z oleju dodanych

środków, co mogłoby być kłopotliwe. Jeśli punkt krzepnięcia otrzymanego oleju, zwłaszcza przy stosowaniu stosunkowo małych ilości środków dodatkowych, nie odpowiada jeszcze w zupełności postawionym wymaganiom, można z łatwością przez dodatek dalszych ilości danego środka polepszyć własności oleju.

Do takiego późniejszego traktowania olejów środkami dodatkowymi nadają się zwłaszcza produkty kondensacji parafiny twardej i miękkiej, uzyskane przy pomocy prądu elektrycznego. Dzięki działaniu środków dodatkowych, obniżających punkt krzepnięcia oleju, nie potrzeba oleju całkowicie pozbawiać parafiny. Inna zaleta sposobu polega na tem, że ilości użytego, ewentualnie, rozpuszczalnika mogą być znacznie mniejsze niż przy innych znanych sposobach, dzięki czemu zmniejszają się też straty rozpuszczalnika przy następnej jego usuwaniu. Należy również podkreślić, że nie potrzeba oleju tak mocno oziębiać jak przy sposobach dotychczasowych, oraz że w obecności wymienionych środków dodatkowych następuje wydzielenie parafin w wąskich granicach temperatur. Również wydajności oleju są większe, ponieważ dobrze wykryształizowana parafina zawiera w sobie znacznie mniej oleju, niż parafina bezpostaciowa albo mieszaniny krystalizowanej parafiny twardej i miękkiej, poza tem dodane środki utrzymują w roztworze parafiny o niskim punkcie krzepnięcia; ta okoliczność wpływa też na znacznie korzystniejszy przebieg krzywej lepkości oleju.

Przykład I. 100 części oleju smarowego, wrzącego pod ciśnieniem 15 mm Hg między 200°C i 350°C, otrzymanego z niemieckiego oleju skalnego i zawierającego około 22% parafiny, miesza się z 100 częściami oleju świetlnego i zadaje 0,5% (w stosunku do ilości oleju smarowego) produktu, otrzymanego przez kondensację chlorowanej parafiny z naftalenem. Mieszaninę o-

chładza się następnie do -15°C , przyczem wydziela się parafina w takiej postaci, iż można ją bez trudności sączyć. Bez użycia środka dodatkowego przedstawia parafina, wydzielona w tych samych warunkach, masę śluzowatą, trudno sączącą się. Po odsączeniu, zarówno parafinę jak też i przesącz traktuje się każdy z osobna parą wodną, w celu usunięcia oleju świetlnego. Jako produkt końcowy otrzymuje się około 80 części oleju maszynowego i około 20 części parafiny o punkcie topnienia około $45^{\circ} \div 50^{\circ}\text{C}$.

Przykład II. Frakcję smoły z węgla brunatnego, wrzącą pod ciśnieniem 15 mm Hg między $200^{\circ} \div 325^{\circ}\text{C}$, zawierającą około 30% parafiny i posiadającą punkt topnienia 23°C , rozcieńcza się równą ilością benzyny (ciężar właściwy 0,720) i, wolno mieszając, ochładza w ciągu 5 godzin do -15°C , a następnie sączy. Po oddestylowaniu benzyny otrzymuje się 65% gaczu parafinowego i 35% przesączu, krzepnącego w temperaturze $+12^{\circ}\text{C}$.

Jeśli te same operacje przeprowadzać z dodatkiem 1% środka, wymienionego w przykładzie I, otrzymuje się 48% gaczu i 52% przesączu, krzepnącego w temperaturze -7°C . W tym przypadku można czas chłodzenia skrócić do 1 godziny, a filtrowanie wymaga też o 75% mniej czasu. Jeśli pracuje się z podwójną ilością rozpuszczalnika lub ochładza do -20°C , to otrzymuje się przesącz, krzepnący w temperaturze -14°C . Bez użycia wymienionego środka dodatkowego nie można otrzymać przesączu o takim punkcie krzepnięcia nawet przy stosowaniu podwójnej ilości rozpuszczalnika lub niższej temperatury; punkt krzepnięcia przesączu wynosi wtedy stale $+12^{\circ}\text{C}$.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wydzielania parafiny i substancyj woskowych z olejów przez wymra-

żanie przy jednoczesnem dodaniu środków, opóźniających wytrącenie tych składników, które utrudniają mechaniczne oddzielenie wydzielonych substancyj, znamieny tem, że jako środki dodatkowe stosuje się produkty, otrzymane przez kondensację lub polimeryzację wysokocząsteczkowych węglowodorów parafinowych, zwłaszcza węglowodorów, zawartych w parafinie twardej lub miękkiej, lub pochodnych tych węglowodorów, ewentualnie, z dodatkiem węglowodorów cyklicznych.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tem, że jako środki dodatkowe stosuje się produkty, wytworzone przez wprowadzenie do cząsteczki wysokocząsteczkowego węglowodoru parafinowego, zwłaszcza parafiny, chlorowca, tlenu lub siarki i na-

stępne odszczepienie podstawnika w postaci związku wodorowego lub węglowego oraz polimeryzację lub kondensację reszty, najlepiej z dodatkiem węglowodorów cyklicznych.

3. Sposób według zastrz. 1, znamieny tem, że jako środki dodatkowe stosuje się produkty, otrzymane przez ostrożne krakowanie parafiny i następną polimeryzację lub kondensację uzyskanych produktów rozszczepiania, ewentualnie, z węglowodorem cyklicznym.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.

Zastępca: Inż. J. Wyganowski,
rzecznik patentowy.

