

POLSKA  
RZECZPOSPOLITA  
LUDOWA



URZĄD  
PATENTOWY  
PRL

# OPIS PATENTOWY

85518

Patent dodatkowy  
do patentu \_\_\_\_\_

Zgłoszono: 28.01.74 (P. 168 409)

Pierwszeństwo: \_\_\_\_\_

Zgłoszenie ogłoszono: 02.12.74

Opis patentowy opublikowano: 30.11.1978

MKP C01b 31/26  
C07c 149/12

Int. Cl.<sup>2</sup> C01B 31/26  
C07C 149/12

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego  
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórcy wynalazku: Wiesława Orzechowska, Teresa Izdebska, Bogdan Szczepaniak,  
Mirosław Oktawiec, Józef Wróbel, Wiesław Wiek

Uprawniony z patentu: Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej  
„Blachownia”, Kędzierzyn (Polska)

## Sposób otrzymywania z przedgonu benzolowego surowca do produkcji ksantogenianów

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania z przedgonu benzolowego surowca do produkcji ksantogenianów.

Przedgon benzolowy w procesie przeróbki benzolu koksowniczego nie jest dotychczas w pełni wykorzystany i najczęściej po wydzieleniu cyklopentadienu odprowadzany jest do atmosfery. W ten sposób powoduje się skażenie atmosfery i traci znaczenie ilość dwusiarczku węgla, który może znaleźć zastosowanie do produkcji ksantogenianów stosowanych w procesach flotacyjnego wzbogacania rud metali niezależnych.

Frakcja dwusiarczku węgla bezpośrednio po jej rektyfikacyjnym wydzieleniu z przedgonu benzolowego nie nadaje się do produkcji ksantogenianów. Zawiera ona bowiem cały szereg zanieczyszczeń, które w alkalicznym środowisku reakcji w trakcie wytwarzania ksantogenianów tworzą smoliste substancje przechodzące do otrzymanego ksantogenianu czyniąc go nieprzydatnym do flotacji.

Wydzielenie i oczyszczenie frakcji dwusiarczku węgla z benzolu służącej do produkcji ksantogenianów nie zostało dotychczas w przemyśle rozwiązane. W badaniach nad opracowaniem sposobu otrzymywania z przedgonu benzolowego surowca do produkcji ksantogenianów stwierdzono, że na jakość wytwarzanych ksantogenianów wywiera poważny wpływ zawartość we frakcji CS<sub>2</sub> z benzolu cyklo- i dwucyklopentadienu, które nie powinny przekraczać 6% wagowych. W związku z tym przygotowanie właściwego surowca do produkcji ksantogenianu polega nie tylko na odpowiedniej rafinacji ale również na wydzieleniu z przedgonu benzolowego odpowiedniej frakcji. Zmniejszenie zawartości cyklo- i dwucyklopentadienu we frakcji dwusiarczka węgla można uzyskać przez dokładną dimeryzację cyklopentadienu zawartego w przedgonie benzolowym, tak aby ilość tego składnika nie przekroczyła 2% wagowych i właściwą rektyfikację dimeryzatu prowadzoną w ten sposób, żeby temperatura w kolumnie rektyfikacyjnej nie przekroczyła 105°C. Jak stwierdzono bowiem powyżej tej temperatury pojawia się w destylacji zwiększona ilość destylującego wraz z dwusiarczkiem węgla cyklopentadienu pochodzącego z rozkładu dwucyklopentadienu.

W trakcie oczyszczania frakcji dwusiarczku węgla stwierdzono, że rafinacja kwasem siarkowym do stopnia czystości pozwalającego na uzyskanie czystego ksantogenianu wymaga zużycia bardzo dużych ilości kwasu siarkowego dochodzących do 20% wagowych i że ilość tę można zmniejszyć przez zastosowanie specjalnych warunków

rafinacji oraz zastąpienie prowadzonej zwykle po rafinacji neutralizacji rafinatu rozcieńczonym ługiem sodowym, rafinacją frakcji stężonym ługiem sodowym.

Uzyskuje się w ten sposób usunięcie związków, które w procesie syntezy ksantogenianu prowadzonej w roztworach stężonego ługu dają smoliste zanieczyszczenie i w najbardziej istotny sposób wpływają na jakość produktu.

Stwierdzono, że dla uzyskania najbardziej korzystnych warunków rafinacji zarówno pod względem zużycia czynników rafinujących jak i osiągnięcia odpowiedniego stopnia czystości surowca do produkcji ksantogenianów należy prowadzić rafinację minimum trzystopniowo stosując w pierwszym stopniu rafinacji frakcji dwusiarczko-wej kwas siarkowy maksimum 80 procentowy, a następnie rafinację stężonym kwasem siarkowym i stężonym ługiem w dowolnej kolejności, przy czym stężenie ługu w procesie rafinacji ługowej powinno być takie, ażeby zawartość wodorotlenku sodu w oddzielonej po rafinacji fazie wodnej nie była niższa niż 30% wagowych.

Z frakcji dwusiarczku węgla zawierającej poniżej 6% wagowych cyklo- i dwucyklopentadienu łącznie można uzyskać właściwy surowiec do produkcji ksantogenianów po przeprowadzeniu trójstopniowej rafinacji dwukrotnie kwasem siarkowym, raz kwasem o stężeniu nie przekraczającym 80% w ilości 3 do 4% wagowych, następnie znowu kwasem siarkowym o stężeniu minimum 96% w ilości 4 do 5% wagowych licząc na frakcję dwusiarczku węgla i w końcu ługiem sodowym o takim stężeniu i taką ilością, aby zawartość wodorotlenku w ługu porafinacyjnym nie była niższa niż 30% wagowych.

**Przykład I.** Po zdimeryzowaniu, na drodze termicznej zawartego w przedgonie benzolowym cyklopentadienu, dimeryzat zawierający poniżej 2% cyklopentadienu poddano rektyfikacji i wydzielono frakcję dwusiarczku węgla, przy czym rektyfikację prowadzono do uzyskania w dole kolumny temperatury 104,8°C.

300 g w ten sposób wydzielonej frakcji wprowadzono do rafinatora i rafinowano kolejno 9 g kwasu siarkowego 80% następnie kwasem siarkowym 96%, wprowadzonym w ilości 15 g i 38% ługiem sodowym w ilości 30 g. Po każdym stopniu rafinacji oddzielono fazę nieorganiczną po kilkunastominutowym odstawieniu. Faza nieorganiczna oddzielona po rafinacji ługiem sodowym zawierała 32% wagowych wodorotlenku sodu. Rafinat przedestylowano i użyto do syntezy ksantogenianu etylowo-sodowego. Otrzymano czysty produkt koloru jasnożółtego nie zawierający substancji smolistych.

**Przykład II.** 300 g frakcji dwusiarczku węgla wydzielonej na drodze destylacji z przedgonu benzolowego w warunkach jak w przykładzie I poddano kolejno rafinacji kwasem siarkowym 75%, wprowadzonym w ilości 12 g, ługiem sodowym 35 procentowym wprowadzonym w ilości 39 g i kwasem siarkowym 96 procentowym, wprowadzonym w ilości 13,5 g. Po każdym stopniu rafinacji oddzielono fazę nieorganiczną a po ostatnim stopniu neutralizowano rafinat rozcieńczonym ługiem sodowym. Faza nieorganiczna po rafinacji stężonym ługiem zawierała 30% wagowych wodorotlenku sodu. Rafinat oddestylowano i zastosowano do syntezy ksantogenianu etylowopotasowego.

Uzyskano produkt jasny, bez substancji smolistych.

#### Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania z przedgonu benzolowego surowca do produkcji ksantogenianów, w postaci frakcji dwusiarczku węgla wydzielonej na drodze rektyfikacji lub destylacji z przedgonu benzolowego po uprzedniej dimeryzacji zawartego w przedgonie cyklopentadienu oraz rafinacji kwasowo-ługowej tej frakcji, z n a m i e n n y t y m, że rektyfikacji poddaje się przedgon benzolowy, w którym zawartość niezdimeryzowanego cyklopentadienu nie przekracza 2% a rektyfikację względnie destylację prowadzi się tak, aby temperatura w układzie destylacyjnym lub rektyfikacyjnym nie przekroczyła 105°C, natomiast rafinację wydzielonej frakcji prowadzi się trójstopniowo, przy czym w pierwszym stopniu kwasem siarkowym maksimum 80% w ilości 3–4% wagowych a następnie kwasem siarkowym minimum 96% w ilości 4–5% wagowych i ługiem sodowym w dowolnej kolejności i taką ilością stężonego ługu sodowego, aby zawartość wodorotlenku sodu w ługu porafinacyjnym nie była niższa niż 30% wagowych.