



Patent dodatkowy
do patentu

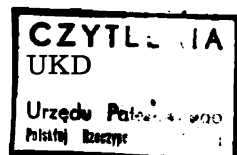
Zgłoszono: 10.XI.1962 (P 100 038)

Pierwszeństwo: 10.XI.1961 Włochy

Opublikowano: 22.II.1966

Kl. 12c, 1

MKP B 01 d 11/00



Właściciel patentu: SNAM S.p.A., Mediolan (Włochy)

**Sposób prowadzenia w fazie ciekłej
ekstrakcji węglowodorów aromatycznych
z mieszaniny węglowodorów**

1

Wynalazek dotyczy procesu ekstrakcji węglowodorów aromatycznych z mieszaniny węglowodorów.

Znane są różne sposoby otrzymywania związków aromatycznych z mieszaniny węglowodorów, takie jak destylacja ekstrakcyjna, destylacja azeotropowa, absorpcja selektywna, krystalizacja frakcyjna, destylacja połączona z deflegmacją, oddzielanie produktów niearomatycznych za pomocą mocznika i ekstrakcja rozpuszczalnikami.

Wszystkie wymienione wyżej sposoby są uciążliwe w praktyce z powodu skomplikowanej aparatury, możliwej nieciągłości procesu, oraz ścisłych wymogów odnośnie prędkości zasilania i właściwości otrzymywanych produktów.

Sposobem, który przeważnie daje najlepsze wyniki, jest ekstrakcja za pomocą rozpuszczalników. Wiele odmian stosowania tego sposobu jest opisane w literaturze.

Wiadomo, że woda dodawana w różnych ilościach do rozpuszczalnika stosowanego do ekstrakcji powiększa selektywność rozpuszczalnika, lecz powoduje znaczne zmniejszenie rozpuszczalności, ekstrahowanej substancji. Konieczne jest więc stosowanie dużych ilości rozpuszczalnika w stosunku do ilości mieszaniny węglowodorów. Istotne znaczenie ma również temperatura. Rozpuszczalność wzrasta wraz z temperaturą, zaś selektywność ze wzrostem temperatury maleje. W związku z tym w praktyce dobiera się optymalny stosunek ilości rozpuszczalnika do ilości cieczy zasilającej, opty-

2

malny dodatek wody oraz odpowiednią temperaturę, aby osiągnąć kompromis między selektywnością i rozpuszczalnością.

Oczywiste jest, że na skutek takiego kompromisu ekstrakcja nie będzie prowadzona w teoretycznie najlepszych warunkach i dla otrzymania wysokiej wydajności i czystości produktu wzrastają znacznie koszty produkcji.

Celem wynalazku jest osiągnięcie możliwie najlepszych warunków ekstrakcji, a mianowicie największej rozpuszczalności i selektywności oraz małego stosunku ilości rozpuszczalnika do ilości cieczy zasilającej przy zmniejszonych kosztach produkcji, przy zachowaniu tej samej wydajności i czystości ekstrahowanego produktu, jaką osiąga się konwencjonalnymi metodami ekstrakcji.

Cel ten osiąga się sposobem według wynalazku przy ekstrakcji węglowodorów aromatycznych zawierających 6 do 10 atomów węgla, z mieszaniny węglowodorów — zawierającej powyższe węglowodory aromatyczne razem z węglowodorami alifatycznymi, cykloalifatycznymi i olefinami prowadząc ekstrakcję dwustopniowo.

Pierwszy stopień ma na celu wyekstrahowanie związków aromatycznych z cieczy zasilającej przy minimalnym stosunku ilości rozpuszczalnika do ilości cieczy zasilającej.

Ekstrakcję w pierwszym stopniu prowadzi się w układzie ciecz — ciecz stosując zasadniczo bezwodny rozpuszczalnik lub mieszaninę zasadniczo

bezwodnych rozpuszczalników, mających najwyższą zdolność rozpuszczenia, przy dostatecznej selektywności.

Po pierwszym stopniu ekstrakcji otrzymuje się wyciąg związków aromatycznych, który stanowi surowiec dla następnego stopnia procesu, oraz rafinat zasadniczo wolny od związków aromatycznych, który przerabia się metodami konwencjonalnymi w celu odzyskania resztek rozpuszczalnika.

Drugi stopień ekstrakcji ma na celu uzyskanie ekstraktu o maksymalnej zawartości związków aromatycznych.

W drugim stopniu ekstrakcji do ekstraktu otrzymanego z pierwszego stopnia dodaje się wody i ewentualnie zmienia przy tym temperaturę otrzymanej mieszaniny. W konsekwencji stworzenia nowych warunków, powstają dwie fazy. Warstwa górna rafinatu zawiera węglowodory niearomatyczne i aromatyczne, przy czym stosunek ilości związków niearomatycznych do ilości węglowodorów aromatycznych jest większy niż analogiczny stosunek w ekstrakcie z pierwszego stopnia ekstrakcji. Warstwa dolna stanowi ekstrakt, który zawiera w roztworze również węglowodory niearomatyczne i aromatyczne, lecz stosunek ilości węglowodorów niearomatycznych do aromatycznych jest w nim niższy niż analogiczny stosunek w ekstrakcie z pierwszego stopnia ekstrakcji.

Po dodaniu wody temperaturę najczęściej obniża się w celu zwiększenia selektywności. Jedynie w niektórych przypadkach, gdy mieszania: woda — rozpuszczalnik ma dostateczną selektywność, może być wskazane podwyższenie temperatury lub utrzymanie temperatury, jaka panuje w pierwszym stopniu ekstrakcji.

Po dekantacji górnej warstwy zawierającej więcej węglowodorów aromatycznych niż ekstrakt z pierwszego stopnia ekstrakcji wprowadza się ją w styczność w przeciwnym kierunku z warstwą dolną w temperaturze nie niższej niż temperatura, przy której nastąpił rozdział w pierwszym stopniu ekstrakcji, a otrzymany ekstrakt przerabia się dalej w znany sposób celem oddzielenia węglowodorów aromatycznych od rozpuszczalnika i od wody.

Nieoczekiwanie stwierdzono, że to końcowe zetknięcie w podwyższonej temperaturze dwóch faz otrzymanych z separatora, połączonych z ewentualnym nawrotem związków aromatycznych, oraz ewentualne działanie dodatkowego rozpuszczalnika przesuwającego równowagę, w postaci lekkich związków parafinowych, daje bogatszy ekstrakt w porównaniu z tym, który osiąga się przy stosowaniu konwencjonalnej techniki przy zasadniczo tych samych pozostałych warunkach (parametrach). Oznacza to, że osiąga się definitywne zwiększenie zdolności ekstrakcyjnej rozpuszczalnika bez zmniejszenia selektywności, czego można się było spodziewać na zasadzie dotychczasowego stanu techniki.

Ekstrakt z dekantacji wprowadza się przeważnie w punkcie, w górnej części aparatury do ekstrakcji, w dole której może być wprowadzony zwrotnie strumień związku aromatycznego stanowiący część produktu końcowego.

W procesie ekstrakcji prowadzonej sposobem według wynalazku używa się typowych rozpuszczalników do tego celu, jak: metanol, etanol, propanol, izopropanol, butanol, izobutanol, pentanol, heksanol, glikol etylenowy, gliceryna, glikol dwuetylenowy, glikol dwupropylenowy, glikol trójetylenowy, glikol czteroetylenowy, fenyloetanoloamina, glikole polietylenowy i propylenowy, etery glikoli lub poliglikoli etylenowych (cellesolwy: metylowy, etylowy, butylowy lub fenyłowy lub karbitole: metylowy, etylowy, butylowy, fenyłowy); mono-, dwu-, trójetanolamina, amidy, nityle i dwunityle, oksydwnityle, fenol; mono-, dwu-, trójnitrofenole, krezole, nitrokrezole, acetofenon, dioksan, benzofenon, formamid, dwumetyłowy i dwuetyłowy formamid oraz inne związki służące jako rozpuszczalniki do ekstrakcji związków aromatycznych, mające właściwość częściowego lub całkowitego mieszania się z wodą, dużą czułość na zmiany temperatury i specyficzną właściwość zwiększania selektywności dla związków aromatycznych przy dodaniu wody.

Zastosowane rozpuszczalniki lub mieszaniny rozpuszczalników powinny odpowiadać wymaganiom tworzenia trój-składnikowych mieszanin z aromatycznymi i niearomatycznymi węglowodorami, których dwuwęzłowe krzywe mieszalności są otwarte lub co najmniej mają formę otwartą w pewnych określonych warunkach temperatury i zawartości wody. Tego rodzaju rozpuszczalniki dają możliwość prawie całkowitego oczyszczenia ekstraktu z węglowodorów niearomatycznych, przy zastosowaniu zawrotu węglowodorów aromatycznych.

Dodatek wody do ekstraktu pochodzącego z pierwszego stopnia ekstrakcji powoduje naruszenie ustalonego w pierwszym stopniu ekstrakcji stanu równowagi. Nowo utworzona lżejsza warstwa ma stosunkowo duże stężenie węglowodorów aromatycznych, gdyż selektywne rozdzielanie w pierwszym stopniu ekstrakcji już nastąpiło uprzednio.

Stężenie związków aromatycznych w tej lżejszej warstwie jest zawsze mniejsze od stężenia związków aromatycznych w całości węglowodorów w rozpuszczalniku wodnym, który jest z nimi w równowadze.

Stężenie związków aromatycznych pozostających w roztworze jest zawsze wyższe aniżeli stężenie roztworu, zanim był on poddany działaniu dodatku wody i zmianie temperatury.

Nową równowagę otrzymuje się przez działanie dodatku wody oraz ewentualną zmianę temperatury. Ilość dodanej wody wynosi 2—30% w stosunku objętościowym do rozpuszczalnika. Oczywiście jest więc, że przy zachowaniu tych samych warunków dla zastosowania sposobu według wynalazku wskazane jest użycie rozpuszczalników lub mieszanin rozpuszczalników, dla których przy dodatku wody podwyższenie selektywności i czułości na temperaturę są jak najwyższe.

Tytułem przykładu uwidocznił schematycznie na rysunku typowy układ aparatury do prowadzenia procesu według wynalazku.

Do ekstrakcyjnej kolumny 1 w okolicy wylotu 2 rafinatu R-1 wprowadza się przez dopływ 3 roz-

puszczalnik bezwodny. Zasilanie kolumny 1 rozdzielaną mieszaniną węglowodorów następuje w punkcie pośrednim 4, a ewentualne zasilanie zwrotne w punkcie pośrednim 5. Ekstrakt E-1 odprowadza się u dołu kolumny przewodem 6.

Do ekstraktu E-1 dodaje się wodę za pomocą dozującej pompy 7 i otrzymaną mieszaninę prowadzi przez wymiennik 8 ciepła i mieszalnik 9, gdzie następuje zmieszanie faz i osiąga się równowagę w wymaganej temperaturze. Następnie mieszanina przechodzi do rozdzielacza 10, gdzie zostaje rozdzielona na dwie fazy, jedną wyższą fazę węglowodorową R-2 i niższą E-2 bogatą w rozpuszczalnik. Rafinat R-2 odprowadza się od góry rozdzielacza 10 i przesyła całkowicie lub częściowo po przejściu przez podgrzewacz 11 do pośredniego punktu 12 ekstrakcyjnej kolumny 13.

Dolna faza E-2 zostaje odprowadzona z rozdzielacza 10 i po przejściu przez podgrzewacz 14 dochodzi do punktu 15 w okolicy wylotu 16 rafinatu R-3. Rafinat R-2 może być poza tym częściowo lub całkowicie zawrócony przewodem 17 do kolumny 1 lub może być częściowo lub całkowicie usunięty z obiegu przewodem 18.

Rafinat R-3 wychodzący z kolumny 13 usuwa się z obiegu jako produkt końcowy przewodem 19 lub zostaje on przesłany przewodem 20 w różne punkty stopni poprzednich cyklu ekstrakcyjnego. Ekstrakt E-3 wychodzący od dołu kolumny 13 przewodem 21 dochodzi przez podgrzewacz 22 do znanej frakcjonującej kolumny 23, z której otrzymuje się bezwodny rozpuszczalnik zawracany przewodem 24 do kolumny 1, wodę przewodem 25 i związki aromatyczne przewodem 26. Część związków aromatycznych przy dużym ich stężeniu zawraca się przewodem 27 do dołu kolumny 13. Parafinowy rozpuszczalnik pomocniczy przesyła się przewodem 28 do kolumny 13.

Odpowiednio do czystości, która jest wymagana w końcowym produkcie aromatycznym, zawrót związków aromatycznych do dolnej części drugiej kolumny, gdzie prowadzi się ekstrakcję w przeciwnym kierunku, może się zmienić w szerokich granicach, a w niektórych przypadkach może wynosić zero.

Równowaga stworzona w drugim stopniu ekstrakcji w przeciwnym kierunku jest funkcją stężenia związków aromatycznych w fazie lekkich węglowodorów przychodzących z dekantacji. Podział tej fazy pozwala na powiększenie stężenia związków aromatycznych w ekstrakcie końcowym przy małej ilości zawróconych węglowodorów aromatycznych.

Ewentualnie, niezużytkowana część fazy lekkich węglowodorów może być zawrócona do pierwszego stopnia ekstrakcji lub może być usunięta z cyrkulacji do innych celów. Szczególnym przykładem podziału jest przypadek, w którym żadna współmierna ilość tej fazy nie zostaje przekazana do drugiego stopnia ekstrakcji, w którym to przypadku selektywny efekt zawrotu związków aromatycznych będzie doprowadzony do maksimum.

W tym przypadku cała faza lekkich węglowodorów będzie do dyspozycji do zawrotu do pierwszego stopnia ekstrakcji lub do innego celu albo częściowo do jednego i do drugiego celu.

Temperatura, jaką się otrzymuje w drugim stopniu ekstrakcji z zawrotem związków aromatycznych, będzie się zmieniać w zależności do wymogów ekstraktu końcowego, a więc wydajności i czystości związków aromatycznych, ale w każdym razie nie będzie ona niższa od temperatury w rozdzielaczu. We wszystkich przypadkach, w tym końcowym stopniu ekstrakcji w przeciwnym kierunku, można zastosować lub nie zastosować, zależnie od stężenia związków aromatycznych w produkcie końcowym, rozpuszczalnik pomocniczy składający się ze związków parafinowych o niskim punkcie wrzenia, dla wywołania wydzielania związków parafinowych wrzących w tym samym zakresie temperatur co związki aromatyczne, które mają być wydzielone. Ten rozpuszczalnik pomocniczy wprowadza się w okolicy wylotu ekstraktu poniżej punktu wprowadzenia zawrotu związków aromatycznych.

Produkt rafinowany wychodzący z drugiego stopnia ekstrakcji w przeciwnym kierunku można traktować jako produkt końcowy lub zawrócić go w rozmaitych punktach urządzenia.

W poszczególnych przypadkach, gdy przez dodanie wody i zmianę temperatury ekstraktu otrzymuje się stopień czystości i wydajność dostatecznie wysoką, można przesłać bezpośrednio ekstrakt z dekantera do działu odzyskiwania wyekstrahowanych związków aromatycznych, przez co drugi stopień można ograniczyć do zmiany temperatury, dodatku wody i rozdziału faz.

Korzyści, jakie daje sposób ekstrakcji według wynalazku w stosunku do procesów według znanej techniki, można określić jak następuje.

W sposobie według wynalazku używa się mniejszej ilości rozpuszczalnika dla całkowitego wyekstrahowania związków aromatycznych o dużym stężeniu z mieszaniny węglowodorów, gdyż w pierwszym stopniu procesu, w którym prowadzi się całkowitą ekstrakcję związków aromatycznych, używa się zasadniczo bezwodnego rozpuszczalnika lub używa się zasadniczo bezwodnych mieszanin rozpuszczalników, mających dużą zdolność rozpuszczania i to w takiej temperaturze, która zapewnia optimum kombinowanych charakterystyk rozpuszczalności i selektywności.

Przy tej samej liczbie teoretycznych stopni kontaktu otrzymuje się ekstrakt końcowy o większej zawartości związków aromatycznych niż ta, która by była otrzymana w jednej fazie ekstrakcji przy użyciu rozpuszczalnika z wodą, a to dlatego, że częściowo nasycony rozpuszczalnik styka się w drugim stopniu ekstrakcji z mieszaniną węglowodorów wzbogaconych w związki aromatyczne.

Stosując sposób według wynalazku można poważnie ograniczyć i zmniejszyć do minimum ilość zawracanych związków aromatycznych, a to celem podwyższenia czystości otrzymywanych jako produkt końcowy związków aromatycznych, gdyż dzięki dużemu stężeniu związków aromatycznych w mieszaninie lekkich węglowodorów drugiego stopnia ekstrakcji otrzymana równowaga zostaje zachwiana w kierunku większych stężeń związków aromatycznych w ekstrakcie końcowym. Co więcej, ilość zawracanych związków aromatycznych można dalej

zmniejszyć na skutek możliwości rozdziału mieszaniny lekkich węglowodorów przychodzących z rozdzielacza.

W sposobie według wynalazku można zrezygnować lub zmniejszyć ilość użytego parafinowego rozpuszczalnika pomocniczego, gdyż na skutek efektu wysokiej selektywności rozpuszczalnika z dodatkiem wody i wysokiego stężenia związków aromatycznych w fazie lekkich węglowodorów, w drugim stopniu ekstrakcji otrzymuje się wysokie stężenie związków aromatycznych w ekstrakcie końcowym, przy małej liczbie stopni ekstrakcji w przeciwnym kierunku.

Temperatura i inne warunki ekstrakcji zależą od właściwości przerabianej mieszaniny węglowodorów, od czystości i wydajności ekstrahowanych związków aromatycznych i od rodzaju użytego rozpuszczalnika.

Temperatura pierwszego stopnia ekstrakcji z rozpuszczalnikiem bezwodnym jest zawarta w granicach 50–170°C, najkorzystniej 100–160°C, co określa dla całego procesu ekstrakcji ciśnienie wystarczające dla utrzymania wszystkich faz w stanie ciekłym.

Ilość dodanej wody do ekstraktu przychodzącego z pierwszego stopnia ekstrakcji waha się od 1% do 30% objętościowo w stosunku do zastosowanego rozpuszczalnika, najkorzystniej w granicach od 1–10% objętościowo. Temperatura podczas dodawania wody i rozdzielania faz waha się od 10° do 70°C, najkorzystniej w zakresie 25–70°C.

Ponowne stykanie się faz przychodzących z rozdzielacza następuje w temperaturach wahających się w granicach 50°C–160°C, najkorzystniej od 50° do 100°C, a w każdym razie nie niższej aniżeli przy dekantacji. Zawrót związków aromatycznych należy regulować w ten sposób, żeby stosunek między ilością węglowodorów użytych do zawrotu do ilości otrzymywanych węglowodorów aromatycznych wynosił od 0,3 do 2.

Dla zilustrowania korzyści, jakie wynikają z prowadzenia ekstrakcji sposobem według wynalazku, niżej podano kilka przykładów, w których przeprowadzono porównanie pomiędzy jednostopniową ekstrakcją prowadzoną z rozpuszczalnikami uwodnionym oraz ekstrakcją przeprowadzoną sposobem według wynalazku.

Przykład I. Użyto rozpuszczalnik składający się z 71,25 części objętościowych glikolu dwuetylenowego, 23,75 części objętościowych fenyloetanolaminy i 5 części wody. Powyższy rozpuszczalnik połączono z równą objętością mieszaniny składającej się z 39,5 części ksylenu i 60,5 części objętościowych n-heptanu.

Ekstrakcję przeprowadzono przy 75°C w aparacie wyposażonym w mechaniczne mieszało i utrzymywany w stałej temperaturze za pomocą cyrkulacji wodnej w zewnętrznym płaszczu grzejnym. Mieszanina początkowa miała skład następujący:

• ksylenu	19,75 części objętościowych
heptanu	30,25 części objętościowych
rozpuszczalnika	50,00 części objętościowych

Po osiągnięciu równowagi rozdzielono warstwę ekstraktu od warstwy produktu rafinowanego, które po zbadaniu wykazały skład następujący:

	Ekstrakt części objętościowych	Rafinat części objętościowych
ksylen	4,98	36,2
heptan	0,98	61,3
rozpuszczalnik	94,04	2,5

Na podstawie powyższych danych obliczono następujące współczynniki ekstrakcji:

Współczynnik rozdziału K_A

$$\text{dla węglowodoru aromatycznego} = 4,98:36,2 = 0,1376$$

Współczynnik rozdziału K_B

$$\text{dla węglowodoru parafinowego} = 0,98:61,3 = 0,016$$

Współczynnik selektywności

$$\frac{K_A}{K_B} = 0,1376:0,016 = 8,6$$

Zdolność selekcji (ilość węglowodorów aromatycznych wyekstrahowanych w stosunku do całkowitej ilości węglowodorów aromatycznych obecnych w układzie) przy stosunku rozpuszczalnika do ilości cieczy zasilającej 1:1 = 13,1%.

Całkowita wydajność = 6,2% węglowodorów w ekstrakcie objętościowo.

Związki aromatyczne w wyekstrahowanych węglowodorach = 83,5%.

Biorąc pod uwagę tę samą mieszaninę i prowadząc ekstrakcję nadal w tych samych warunkach, ale w temperaturze 25°C otrzymano następujące wyniki:

	Ekstrakt części objętościowych	Rafinat części objętościowych
ksylen	4,3	35,9
heptan	0,59	60,0
rozpuszczalnik	95,11	4,1

Na zasadzie powyższych danych obliczono następujące współczynniki ekstrakcji:

Współczynnik rozdziału K_A

$$\text{dla węglowodorów aromatycznych} = 4,3:35,9 = 0,1197$$

Współczynnik rozdziału K_B

$$\text{dla węglowodorów parafinowych} = 0,5:60 = 0,009833$$

Współczynnik selektywności

$$\frac{K_A}{K_B} = 0,1197:0,009833 = 12,7$$

Zdolność selekcji = 11,13%

Całkowita wydajność = 5,0%

Związki aromatyczne w wyekstrahowanych węglowodorach = 88,0%.

Ekstrakcja sposobem według wynalazku. 95 części objętościowych bezwodnego rozpuszczalnika, składającego się z 75 części glikolu dwuetylenowego i 25 części fenyloetanolaminy zmieszano w temperaturze 75°C z 100 częściami objętościowymi mieszaniny zawierającej 39,5 części objętościowych ksylenu i 60,5 części objętościowych n-heptanu.

Po ustaleniu się równowagi otrzymano rozdział na dwie warstwy, górną (rafinat I), którą oddzielono i chwilowo odstawiono na bok, podczas gdy do dolnej warstwy dodano 5 części objętościowych wody. Otrzymano dwie warstwy, górną składa-

jąca się z części węglowodorów poprzednio rozpuszczonych przez bezwodny rozpuszczalnik i dolną ustaloną przez nowe warunki równowagi dzięki dodaniu wody. Te dwie warstwy zmieszano ponownie w mieszalniku, utrzymując ciągle temperaturę 75°C.

Następnie rozdzielono te warstwy i górną warstwę (rafinat II) połączono z rafinatem I, przepłukano wodą dla wydzielenia małych ilości rozpuszczonego rozpuszczalnika i zbadano jego skład. Dolna warstwa stanowiąca końcowy ekstrakt została przedestylowana dla otrzymania z powrotem ekstrahowanych węglowodorów, przy czym otrzymano następujące rezultaty:

	Mieszanina początkowa (części objętościowych)	Ekstrakt (części objętościowych)
ksylen	19,75	6,18
heptan	30,25	0,89
rozpuszczalnik (wraz z wodą)	50,00	92,93

Współczynniki:

Przyrost %
porównawczy dla
dwóch metod
75°C 25°C

Współczynnik rozdziału K_A węglowodoru aromatycznego
 $6,18:34,88 = 0,1772$ (+28,7) (+48,0)

Współczynnik rozdziału K_B węglowodoru parafinowego
 $0,89:62,67 = 0,0142$ (—11,2) (+44,5)

Współczynnik selektywności $\frac{K_A}{K_B}$
 $0,1772:0,0142 = 12,5$ (+45,4) (+2,7)

Zdolność selekcji
 $6,47:39,5 = 16,4\%$ (+25,2) (+47,3)

Całkowita wydajność
 $= 7,4\%$ (+19,7) (+48,0)

Związków aromatycznych w wyekstrahowanych węglowodorach 87,5%.

Porównanie tych wyników, a zwłaszcza polepszenie charakterystycznych współczynników i procentowe zmiany w stosunku do ekstrakcji sposobem konwencjonalnym podane w nawiasach, daje wyraźne dowody korzyści, które otrzymuje się przy stosowaniu sposobu ekstrakcji według wynalazku.

W tym przypadku zwłaszcza selektywność wykazuje wzrost o 45,4%, a zdolność selekcji wykazuje podwyższenie o 25,2% w stosunku do ekstrakcji sposobem konwencjonalnym w temperaturze 75°C, podczas gdy w stosunku do ekstrakcji sposobem konwencjonalnym prowadzonej w temperaturze 25°C stwierdzono bardzo duże podwyższenie zdolności selekcji (+47,3%) przy jednoczesnym polepszeniu współczynnika selektywności (+2,7%).

Przykład II. Katalitycznie zreformowana benzyna zawierająca 47,1 części objętościowych związków aromatycznych została zmieszana w zbiorniku wyposażonym w mieszadło i płaszcz

ogrzewający, z podwójną objętością rozpuszczalnika składającego się z mieszaniny 71,25 części objętościowych glikolu dwuetylenowego, 23,75 części objętościowych fenyoetanoaminy i 5 części objętościowych wody, aż do ustalenia równowagi.

Na zasadzie wyników laboratoryjnego badania obliczono następujące współczynniki charakteryzujące ekstrakcję:

Współczynnik rozdziału K_A dla węglowodorów aromatycznych = 0,1882

Współczynnik rozdziału K_B dla węglowodorów parafinowych = 0,02457

Współczynnik selektywności $\frac{K_A}{K_B}$ = 7,66

Zdolność selekcji = 16,87%

Całkowita wydajność = 9,35%

Związki aromatyczne w wyekstrahowanych węglowodorach = 85,0%.

Ekstrakcję powtórzono na tej samej benzynie przy użyciu na każdą część objętościową 1,9 części objętościowych rozpuszczalnika składającego się z 75 części objętościowych glikolu dwuetylenowego i 25 części objętościowych fenyoetanoaminy. Ekstrakcję przeprowadzono w tej samej temperaturze 75°C.

Do otrzymanego ekstraktu dodano 5% wody. Na skutek dodania wody wytworzyły się dwie warstwy, które znów zmieszano w temperaturze 75°C. Po ustaleniu się nowego stanu równowagi otrzymano znów fazę rafinowanego produktu i fazę ekstraktu. Produkt rafinowany dodano do poprzedniego i przeprowadzono analizę dla dwóch ekstraktów i osobno dla dwóch połączonych rafinatów.

Z otrzymanych rezultatów analizy obliczono następujące współczynniki:

Podwyższenie

Współczynnik rozdziału K_A dla węglowodorów aromatycznych = 0,2125 (+12,9%)

Współczynnik rozdziału K_B dla węglowodorów parafinowych = 0,01824 (—25,8%)

Współczynnik selektywności = 11,65 (+52,2%)

Zdolność selekcji = 18,99% (+12,5%)

Całkowita wydajność = 10,05% (+7,5%)

Związków aromatycznych w wyekstrahowanych węglowodorach 89,0%.

Porównanie wyników otrzymanych tymi dwoma sposobami, a zwłaszcza podwyższenie współczynników podane w nawiasach, wyraźnie wskazuje zalety nowego procesu. W szczególności za pomocą niego podwyższono selektywność o 52% i zdolność selekcji o 12,5%.

Przykład III. Katalitycznie zreformowana benzyna zawierająca 48,1% objętościowych związków aromatycznych została zmieszana z podwójną objętością rozpuszczalnika składającego się z 90 części objętościowych glikolu dwuetylenowego i 10 części objętościowych wody. Ekstrakcję przeprowadzono w autoklawie w temperaturze 125°C.

Z danych otrzymanych laboratoryjnie obliczono następujące współczynniki ekstrakcji:

Współczynnik rozdziału K_A dla węglowodorów aromatycznych	= 0,1306
Współczynnik rozdziału K_B dla węglowodorów parafinowych	= 0,01157
Współczynnik selektywności	= 11,28
Zdolność selekcji	= 11,87%
Całkowita wydajność	= 6,35%

W wyekstrahowanych węglowodorach znaleziono węglowodorów aromatycznych 90,0%.

Tę samą benzynę zmieszano w temperaturze 75°C z 1,8 jej objętości bezwodnego glikolu dwuetylenowego. Do otrzymanego ekstraktu (nadat w temperaturze 75°C) dodano 10% wody i podwyższono temperaturę do 125°C z zastosowaniem mieszania. Wytworzyły się dwie fazy, faza górna (rafinat) i faza dolna (ekstrakt). Rafinat dodano do rafinatu z pierwszego stopnia ekstrakcji w temperaturze 75°C. Analizy przeprowadzono na połączonych produktach rafinacji i na ekstrakcie końcowym i otrzymano następujące współczynniki:

Podwyższenie

Współczynnik rozdziału K_A dla węglowodorów aromatycznych	= 0,1415	(+8,35%)
Współczynnik rozdziału K_B dla węglowodorów parafinowych	= 0,006892	(-40,5%)
Współczynnik selektywności	= 20,53	(+82%)
Zdolność selekcji	= 12,69	(+6,9)
Całkowita wydajność	= 6,5%	(+2,4%)

Związki aromatyczne w wyekstrahowanych węglowodorach = 94,00%.

Ta sama benzyna została znów zmieszana w temperaturze 75°C z 1,8 jej objętości bezwodnego glikolu dwuetylenowego. Do otrzymanego ekstraktu doprowadzonego do temperatury pokojowej dodano 10% wody. Sformowały się dwie fazy, które znów zmieszano w temperaturze 75°C przy użyciu mieszadła. Powstałe dwie nowe fazy zdekantowano i zanalizowano w sposób normalny, a z otrzymanych danych obliczono następujące współczynniki:

Podwyższenie

Współczynnik rozdziału K_A dla węglowodorów aromatycznych	= 0,131	(+0,3%)
Współczynnik rozdziału K_B dla węglowodorów parafinowych	= 0,0005607	(-95%)
Współczynnik selektywności	= 233,64	(+1970%)
Zdolność selekcji	= 12,19	(+2,7%)
Całkowita wydajność	= 5,9%	(-7,1%)

Zawartość związków aromatycznych w ekstrakcie = 99,5%.

Z porównania powyższych wyników można zauważyć korzyści otrzymane dzięki dwustopniowej ekstrakcji, a zwłaszcza jak warunki przeprowadza-

nia tych operacji mogą wpływać na wydajność i selektywność rozpuszczalnika.

Przykład IV. Syntetyczną mieszaninę zawierającą 39,5 części objętościowych ksylenu i 60,5 części objętościowych n-heptanu wprowadza się w styczność z rozpuszczalnikiem (na 1 część rozpuszczalnika jedną część mieszaniny węglowodorów) składającym się z 71,25 części objętościowych glikolu dwuetylenowego, 23,75 części objętościowych fenyloetanoloaminy i 5 części wody. Ekstrakcję przeprowadza się w autoklawie w temperaturze 125°C.

Z danych otrzymanych laboratoryjnie obliczono, jak zwykle, charakterystyczne współczynniki ekstrakcji i otrzymano:

Współczynnik rozdziału K_A dla węglowodorów aromatycznych	= 0,1846
Współczynnik rozdziału K_B dla węglowodorów parafinowych	= 0,02917
Współczynnik selektywności	= 6,32
Zdolność selekcji	= 18,38%
Całkowita wydajność	= 8,7%

Zawartość związków aromatycznych w ekstrakcie = 78,5%.

Tę samą mieszaninę ksylenu i n-heptanu wprowadzono w styczność w temperaturze 125°C z 0,95 części mieszaniny złożonej z 75 części objętościowych glikolu dwuetylenowego i 25 części fenyloetanoloaminy. Do ekstraktu dodano 5% wody i wytworzone fazy znów połączono w temperaturze 75°C.

Analizy produktu rafinacji i końcowego ekstraktu pozwoliły na obliczenie następujących współczynników:

Podwyższenie

Współczynnik rozdziału K_A dla węglowodorów aromatycznych	= 0,2150	(+16,5%)
Współczynnik rozdziału K_B dla węglowodorów parafinowych	= 0,01308	(-55%)
Współczynnik selektywności	= 16,44	(+160%)
Zdolność selekcji	= 18,68	(+1,6%)
Całkowita wydajność	= 8,2%	(-5,7%)

Zawartość związków aromatycznych w ekstrakcie = 90,0%.

Z porównania wyników tych dwóch doświadczeń ze sobą należy zwrócić uwagę na podwyższenie selektywności (+160%) przy jednoczesnym małym wzroście zdolności selekcji (+1,6%).

Przykład V. Syntetyczną mieszaninę zawierającą 50 części objętościowych ksylenu i 50 części objętościowych n-heptanu wprowadzono w styczność z rozpuszczalnikiem (2 części objętościowe rozpuszczalnika na 1 część mieszaniny węglowodorów), składających się z 95 części objętościowych glikolu dwuetylenowego i 5 części objętościowych wody. Ekstrakcję przeprowadzono w temperaturze 75°C w kolumnie ekstrakcyjnej przeciwapływowej typu York-Scheibel z 12 stopniami. Szybkość zasilania kolumny wynosiła 3 litry na godzinę, a

szybkość mieszania około 1100 obr/min. Analiza ekstraktu dała następujące wyniki:

ksylen	4,76% objętościowych
heptan	0,49% objętościowych
rozpuszczalnik	94,75% objętościowych

Stosunek ksylenu do n-heptanu bez rozpuszczalnika wynosił 90,75% objętościowych ksylenu i 9,25% objętościowych n-heptanu.

Analiza rafinatu dała następujące wyniki:

Stosunek ksylenu do n-heptanu: 43,75% objętościowych ksylenu i 56,25% objętościowych n-heptanu.

Ta sama mieszanina ksylenu i heptanu została wprowadzona w styczość z rozpuszczalnikiem (glikol dwuetylenowy) o stężeniu 100% w temperaturze 75°C w tym samym aparacie opisanym powyżej, przy utrzymywaniu tego samego stosunku rozpuszczalnika do zasilania i przy tym samym zasilaniu.

Analiza ekstraktu dała następujące wyniki:

ksylen	7,03% objętościowych
n-heptan	0,87% objętościowych
rozpuszczalnik	92,10% objętościowych

Stosunek ksylenu do n-heptanu (bez rozpuszczalnika) 89,0% objętościowych ksylenu i 11,0% objętościowych n-heptanu.

Analiza rafinatu dała stosunek ksylenu do n-heptanu: 42,5% objętościowych ksylenu i 57,5% objętościowych n-heptanu.

Do ekstraktu dodano wody w oddzielnym naczyniu, w temperaturze pokojowej, w ilości 5% objętościowo w stosunku do ilości zawartego w ekstrakcie rozpuszczalnika i zastosowano mieszanie w temperaturze pokojowej w ciągu czasu dostatecznego do otrzymania równowagi.

Dwie rozdzielone fazy po dekantacji dały wyniki następujące:

ksylen	5,22% objętościowych
heptan	0,08% objętościowych
rozpuszczalnik	84,70% objętościowych

Stosunek ksylenu do n-heptanu (bez rozpuszczalnika): 98,5% objętościowych ksylenu i 1,5% objętościowych n-heptanu.

Rafinat posiadał stosunek ksylenu do n-heptanu: 69,5% objętościowych ksylenu i 30,5% objętościowych n-heptanu.

Stosunek ekstraktu do rafinatu wyniósł 42 : 1.

Otrzymane dwie fazy zostały ponownie zmieszane w przeciwnym kierunku w temperaturze 75°C, w kolumnie opisanej powyżej przy szybkości mieszania około 1000 obr/min.

Szybkość zasilania kolumny wynosiła 4,3 litrów na godzinę. Analiza ekstraktu dała następujące wyniki:

ksylen	6,21% objętościowych
heptan	0,29% objętościowych
rozpuszczalnik	93,50% objętościowych

Stosunek ksylenu do n-heptanu bez rozpuszczalnika wynosił 95,3% objętościowych ksylenu i 4,5% objętościowych n-heptanu.

Analiza rafinatu dała stosunek ksylenu do n-heptanu 62,5% objętościowych ksylenu i 37,5% objętościowych n-heptanu.

W innym doświadczeniu do ekstraktu otrzymanego z pierwszej ekstrakcji przeciwnym kierunku z

rozpuszczalnikiem bezwodnym w temperaturze 75°C dodano wodę w ilości 5% objętościowych w stosunku do ilości zawartego rozpuszczalnika.

Utrzymując temperaturę 75°C zastosowano mieszanie aż do otrzymania równowagi. Dwie fazy rozdzielone przez dekantację dały następujące wyniki:

ksylen	5,7% objętościowych
heptan	0,3% objętościowych
rozpuszczalnik	94,0% objętościowych

Stosunek ksylenu do n-heptanu bez rozpuszczalnika 95,0% objętościowych ksylenu i 5% objętościowych n-heptanu.

Rafinat zawierał 66,8% objętościowych ksylenu i 33,2% objętościowych n-heptanu.

Z porównania wyników otrzymanych przy ekstrakcji metodą z rozpuszczalnikiem zawierającym wodę z nową proponowaną metodą widać, jak ilość związków aromatycznych przechodzi z 4,76% objętościowych w pierwszym przypadku na 6,21% w drugim przypadku i czystość podnosi się z 90,75% do 95,5%.

Porównanie otrzymanych rezultatów przy sposobie według metody proponowanej w pojedynczym układzie ekstrakcji i w przeciwnym kierunku wykazuje korzyści przeciwnego kierunku przez podwyższenie zdolności rozpuszczania (z 6% do 6,5%) i zmniejszenie z związków aromatycznych w rafinacie (z 66,8% na 62,5% objętościowych).

Przykład VI. Dla porównania przeprowadzono ekstrakcję według techniki konwencjonalnej i bez stosowania sposobu według wynalazku.

A) Zreformowaną benzynę (frakcja 120°—150°C) o zawartości ksylenu 75% objętościowych wprowadzono w styczość w kolumnie ekstrakcyjnej typu York-Scheibel z 12 stopniami, w przeciwnym kierunku z rozpuszczalnikiem składającym się z 95 części objętościowych glikolu dwuetylenowego i 5 części objętościowych wody przy utrzymywaniu stosunku rozpuszczalnika do zasilania równym 9 : 1. Szybkość zasilania kolumny wynosiła 5 litrów na godzinę przy mieszaniu z prędkością 1100 obr/min.

Analiza ekstraktu przy 75°C dała następujące wyniki:

Związki aromatyczne	7,24% objętościowych
Związki niearomatyczne	0,21% objętościowych
Rozpuszczalnik	92,55% objętościowych

Stosunek związków aromatycznych do niearomatycznych bez rozpuszczalnika: 97,2% związków aromatycznych i 2,8% związków niearomatycznych.

Analiza rafinatu dała:

Zawartość związków aromatycznych 17% objętościowych.

Zawartość związków niearomatycznych 83% objętościowych.

B) Tę samą zreformowaną benzynę wprowadzono w styczość w temperaturze 75°C w aparacie jak wyżej z rozpuszczalnikiem składającym się z bezwodnego glikolu dwuetylenowego, przy utrzymaniu stosunku ilości rozpuszczalnika do ilości cieczy zasilającej 6 : 1 i przy szybkości zasilania kolumny wynoszącej 5 litrów na godzinę.

Analiza ekstraktu dała następujące wyniki:
 Związków aromatycznych 10,53% objętościowych
 Związków niearomatycznych 0,47% objętościowych
 Rozpuszczalnik 89,00% objętościowych

Stosunek związków aromatycznych do niearomatycznych bez rozpuszczalnika: 95,9% związków aromatycznych i 4,1% związków niearomatycznych.

Analiza rafinatu dała zawartość związków aromatycznych 15% objętościowych i związków niearomatycznych 85% objętościowych.

C) Do ekstraktu otrzymanego dodano w osobnym naczyniu wody o temperaturze pokojowej w ilości 4% objętościowych w stosunku do zawartego w ekstrakcie rozpuszczalnika. Zastosowano mieszanie w podanej temperaturze i dekantację w czasie wystarczającym dla osiągnięcia równowagi. Rozdzielone dwie fazy dały następujące wyniki:

Stosunek ekstraktu do rafinatu 29,9 : 1.

Ekstrakt zawierał:

Związków aromatycznych 7,467% objętościowych
 Związków niearomatycznych 0,033% objętościowych
 Rozpuszczalnik wodny 92,5% objętościowych

Stosunek związków aromatycznych do niearomatycznych bez rozpuszczalnika: 99,7% związków aromatycznych i 0,3% związków niearomatycznych.

Rafinat zawierał:

Związków aromatycznych 87% objętościowych
 Związków niearomatycznych 13% objętościowych

D) Przeprowadzając doświadczenie według poprzedniego punktu (C) przy utrzymywaniu temperatury 75°C otrzymano następujące wyniki:

Ekstrakt zawierał związków aromatycznych 8,85% objętościowych.

Ekstrakt zawierał związków niearomatycznych 0,15% objętościowych.

Rozpuszczalnik zawierał wodę 91% objętościowych.

Stosunek związków aromatycznych do niearomatycznych (bez rozpuszczalnika): 98,3% związków aromatycznych i 1,3% związków niearomatycznych.

Rafinat:

Związków aromatycznych 83,5% objętościowych
 Związków niearomatycznych 16,5% objętościowych

Stosunek ekstraktu do rafinatu 51,7 : 1.

E) Rozdzielone przez dekantację według punktu (C) obydwie fazy znów zmieszano razem bez żadnego aromatycznego zawrotu, w układzie o 12 stopniach w przeciwnym kierunku, w temperaturze 75°C i przy szybkości zasilania kolumny wynoszącej 5 litr./godz.

Analiza dała następujące wyniki:

Ekstrakt:

Związków aromatycznych 9,04% objętościowych
 Związków niearomatycznych 0,11% objętościowych
 Rozpuszczalnik 90,85% objętościowych

Stosunek związków aromatycznych do niearomatycznych (bez rozpuszczalnika) wynosił:

Związków aromatycznych 98,8% objętościowych
 Związków niearomatycznych 1,2% objętościowych

Rafinat:

Związków aromatycznych 76,0% objętościowych

Związków niearomatycznych 24% objętościowych

Stosunek ilości ekstraktu do rafinatu 70,3 : 1.

Stosunek ilości rafinatu do początkowej ilości cieczy zasilającej 10%.

Z powyższego wynika, że prowadząc ekstrakcję sposobem według wynalazku i porównując otrzymane wyniki według punktu A z wynikami pod E łatwo daje się zauważyć, że według punktu E otrzymano związków aromatycznych 98,8% i rozpuszczalność 9,04%, podczas gdy według punktu A otrzymano 97,2% związków aromatycznych i rozpuszczalność 7,24%. Objętość produktu rafinowanego według punktu E w stosunku do objętości cieczy zasilającej wyniosła 10%, podczas gdy stosunek objętościowy rozpuszczalnika do objętości cieczy zasilającej przy ponownym wprowadzeniu do obiegu wynosi 6,6 : 1, co jest wartością definitywnie mniejszą od 9 : 1 według punktu A.

Przykład VII. A) Syntetyczną mieszaninę zawierającą 50% objętościowych ksylenu i 50% objętościowych n-heptanu zmieszano z rozpuszczalnikiem składającym się z 95 części objętościowych glikolu dwuetylenowego i 5 części objętościowych wody, w kolumnie ekstrakcyjnej przeciwprądowej York Scheibel, wyposażonej w 12 stopni w temperaturze 75°C, przy stosunku objętości rozpuszczalnika do objętości mieszaniny zasilającej kolumnę wynoszącym 9,3 : 1 i przy szybkości zasilania kolumny wynoszącej 5 litr./godz. oraz prędkości mieszania 1100 obr./min.

Analiza ekstraktu dała następujące wyniki:

Rozpuszczalnik 94,8% objętościowo

Ksylene 4,73% objętościowo

N-heptan 0,47% objętościowo

Stosunek ksylenu do n-heptanu (bez rozpuszczalnika): 91,2% objętościowych ksylenu i 8,8% n-heptanu.

Analiza rafinatu dała

7,15% ksylenu i 92,85% n-heptanu objętościowo.

B) Tę samą syntetyczną mieszaninę wprowadzono w styczność z rozpuszczalnikiem stanowiącym bezwodny glikol dwuetylenowy w temperaturze 75°C, w tym samym aparacie jak opisany powyżej, przy utrzymaniu stosunku ilości rozpuszczalnika do ilości cieczy zasilającej 6,52 : 1, przy szybkości zasilania kolumny wynoszącej 5 litr./godz.

Analiza dała następujące wyniki:

Ekstrakt:

rozpuszczalnik 92,3% objętościowo

ksylene 6,77% objętościowo

n-heptan 0,93% objętościowo

Stosunek ksylenu do n-heptanu (bez rozpuszczalnika): 88% ksylenu i 12% n-heptanu.

Analiza rafinatu dała: 8,42% ksylenu i 91,58% n-heptanu.

C) Do otrzymanego ekstraktu w osobnym naczyniu dodano wody w temperaturze pokojowej, w proporcji 5% w stosunku do użytego rozpuszczalnika. Zmieszano w tej temperaturze, a następnie zdekantowano w ciągu czasu potrzebnego na otrzymanie równowagi.

Rozdzielone w ten sposób dwie fazy dały następujące wyniki:

Stosunek ekstraktu do rafinatu 56,8 : 1.

Ekstrakt:

rozpuszczalnik z wodą 94,5% objętościowych
ksyleny 5,3% objętościowych
n-heptan 0,2% objętościowych

Stosunek ksylenów do n-heptanu (bez rozpuszczalnika): 96,4 ksylenów i 3,6% n-heptanu.

Rafinat: 62,3% ksylenów i 37,7% n-heptanu.

D) Otrzymane według punktu C ekstrakt i rafinat zmieszano ponownie według schematu opisanego w książce L. ALDERS „Liquid-liquid extraction” wydanie drugie (1959) strona 120. Stosunek dwóch faz połączonych razem wynosił 20 : 1. Temperaturę ustalono na 75°C.

Ekstrakt otrzymany z pierwszego stopnia wykazał:

rozpuszczalnik 93,47% objętościowych
ksyleny 6,12% objętościowych
n-heptan 0,41% objętościowych

Stosunek ksylenów do n-heptanu (bez rozpuszczalnika): ksyleny 93,8%, n-heptan 6,2%.

Ekstrakt otrzymany z czwartego stopnia:

rozpuszczalnik 93,24% objętościowych
ksyleny 6,4% objętościowych
n-heptan 0,36% objętościowych

Stosunek ksylenów do n-heptanu (bez rozpuszczalnika): ksyleny 94,7%, n-heptan 5,3%.

E) Rafinat wywodzący się z punktu C, po przeobrażeniu według punktu D, do którego dodano tę samą ilość 100% ksylenów, wprowadzono w styczność z ekstraktem według punktu C przerebionym według punktu D, zmniejszając na skutek dodania ksylenów stosunek faz połączonych do 10 : 1 i utrzymując temperaturę 75°C.

Wprowadzając w styczność według schematu cytowanego wyżej ALDERS'a otrzymano następujące wyniki:

	I stopień	IV stopień
Otrzymany ekstrakt		
Rozpuszczalnik	92,13%	91,83%
Ksyleny	7,61%	8,01%
N-heptan	0,26%	0,16%
Stosunek ksylenów do n-heptanu (bez rozpuszczalnika)		
Ksyleny	96,80%	98,10%
N-heptan	3,2%	1,90%

Z powyższego wynika, że stosując sposób według wynalazku i porównując wyniki otrzymane według punktu A z wynikami otrzymanymi według punktu D, łatwo można zauważyć, że w przypadku D otrzymuje się węglowodory aromatyczne o czystości 94,7% objętościowych przy zdolności rozpuszczania wynoszącej 6,76%, podczas gdy według punktu A otrzymuje się 91,2% i 5,2%.

Punkt E ilustruje wpływ zwrotu.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób prowadzenia w fazie ciekłej ekstrakcji węglowodorów aromatycznych zawierających 6

do 10 atomów węgla, z mieszaniny węglowodorów zawierających powyższe związki aromatyczne razem z węglowodorami grupy parafinowej, cykloparafinowej i ewentualnie olefinowej, za pomocą rozpuszczalnika lub mieszaniny rozpuszczalników mających rozpuszczalność i selektywność dla związków aromatycznych zmienną przy dodaniu wody lub przy zmianie temperatury, **znamienny tym**, że ekstrakcję prowadzi się w dwóch stopniach, w pierwszym stopniu mieszaninę węglowodorów poddaje się działaniu selektywnego rozpuszczalnika zasadniczo bezwodnego, lub zasadniczo bezwodnej mieszaniny rozpuszczalników, zaś w drugim stopniu do ekstraktu otrzymanego w stopniu pierwszym dodaje się wodę i stosuje się ewentualnie inną temperaturę, wytworzone dwie warstwy rozdziela się, a następnie poddaje ekstrakcji w przeciwnym kierunku w temperaturze nie niższej niż temperatura, w której nastąpił rozdział na dwie warstwy po pierwszym stopniu ekstrakcji, a otrzymany ekstrakt i rafinaty z pierwszego i drugiego stopnia ekstrakcji przerabia się dalej w znany sposób.

2. Odmiana sposobu według zastrz. 1 **znamienna tym**, że fazę lekkich węglowodorów, wydzieloną po dodaniu wody i ewentualnej zmianie temperatury, wprowadza się do obiegu w pierwszym stopniu ekstrakcji, a warstwę ciężkich węglowodorów wyprowadza się do działu odzyskiwania rozpuszczalnika i węglowodorów aromatycznych.
3. Sposób według zastrz. 1 **znamienny tym**, że do drugiego stopnia ekstrakcji w przeciwnym kierunku wprowadza się węglowodory aromatyczne.
4. Sposób według zastrz. 1 i 3 **znamienny tym**, że w drugim stopniu ekstrakcji w przeciwnym kierunku, wprowadza się jako rozpuszczalnik pomocniczy mieszaninę lekkich węglowodorów parafinowych.
5. Sposób według zastrz. 1, 3 i 4 **znamienny tym**, że rafinat z drugiego stopnia ekstrakcji w przeciwnym kierunku zawraca się całkowicie lub częściowo do pierwszego stopnia ekstrakcji.
6. Sposób według zastrz. 1, 3 i 4 **znamienny tym**, że rafinat z drugiego stopnia ekstrakcji zawraca się i dodaje w całości lub częściowo do mieszaniny lekkich węglowodorów pochodzącej z rozdziału faz po dodaniu wody.
7. Sposób według zastrz. 1—6 **znamienny tym**, że po pierwszej ekstrakcji dodaje się wodę w ilości 1—30% objętościowo w stosunku do rozpuszczalnika użytego w pierwszym stopniu ekstrakcji.
8. Sposób według zastrz. 1—7 **znamienny tym**, że pierwszą ekstrakcję, dekantację i drugą ekstrakcję w przeciwnym kierunku przeprowadza się w temperaturze 10—170°C.

