

2

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

72 688

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr _____

Kl. 12o,1/04

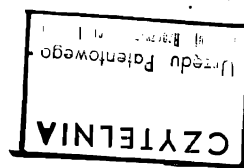
Zgłoszono: 17.09.1969 (P. 135 872)

Pierwszeństwo: _____

MKP. C07c 15/24

Zgłoszenie ogłoszono: 31.03.1973

Opis patentowy opublikowano: 15.11.1974



Twórca wynalazku: Władysław Materny

Uprawniony z patentu tymczasowego: Nadodrzańskie Zakłady Przemysłu Organicznego
„Rokita”, Brzeg Dolny (Polska)

Sposób wydzielania czystego naftalenu z oleju naftalenowego pochodzenia węglowego

Przedmiotem wynalazku jest sposób wydzielania czystego naftalenu z oleju naftalenowego pochodzenia węglowego.

Przez olej naftalenowy rozumie się frakcję produktu odebraną z destylacji smoły pokoksowniczej w granicach temperatur wrzenia 205–228°C i zawierającą 65–75% czystego naftalenu.

Dotychczas nie stosowano wydzielania naftalenu o dużej czystości wprost z oleju naftalenowego, lecz najpierw wydzielano naftalen techniczny, zawierający 95–97% czystego składnika, który poddaje się dalszemu oczyszczaniu. Oczyszczanie naftalenu technicznego prowadzi się mieszając go z kwasem siarkowym o stężeniu 96–98% wagowych w podwyższonej temperaturze. Stosuje się przy tym 3–5% wagowych kwasu siarkowego samoistnie lub z dodatkiem związków polimeryzujących w stosunku do wagi oczyszczanego naftalenu. Po zakończeniu rafinacji kwasem siarkowym oddziela się kwas porafinacyjny, a pozostały olej przemysła roztworem ługu sodowego w celu zobojętnienia składników kwaśnych. Po oddzieleniu ługu, olej poddaje się rektyfikacji, z której uzyskuje się naftalen o przeciętnej czystości 99% z wydajnością około 60%. Rektyfikowany naftalen zawiera około 0,7% tionaftenu. Przedgony i pogony z rektyfikacji poddaje się dalszemu przerobowi w celu odzyskania zawartego w nich naftalenu.

Uzyskany produkt, zwany naftalenenem krystalicznym, nadaje się do wielu celów przemysłowych ale jest nieprzydatny do przerobu na tetralinę lub dekalinę na drodze katalitycznego uwodornienia z uwagi na zawartość związków siarki. Do tych celów wymaga więc dalszego oczyszczania.

Wadą powyższego sposobu jest niska wydajność produktu czystego oraz nadmierne zużycie energii i kwasu siarkowego.

Celem wynalazku jest usunięcie powyższych wad. Wyznaczony cel został osiągnięty przez opracowanie sposobu wydzielania czystego naftalenu wprost z oleju naftalenowego.

Według sposobu odfenolowany znanym sposobem olej naftalenowy działaniem ługu sodowego poddaje się w temperaturze 70–90°C działaniu kwasu siarkowego o stężeniu 20–30% wagowych. Kwas siarkowy używa się w ilości stanowiącej 30% nadmiar w stosunku do ilości teoretycznie potrzebnej do związania zasad pirydynowych.

Po odstaniu się masy reakcyjnej warstwę wodną oddziela się, zaś pozostały olej poddaje się w temperaturze 80–95°C działaniu kwasu siarkowego o stężeniu 75–90% wagowych w ilości 3–4% wagowych w stosunku do wagi oleju, w celu spolimeryzowania zawartych w oleju związków nienasyconych. Następnie oddziela się olej od kwasu i olej poddaje się po raz drugi w temperaturze 80–95°C działaniu kwasu siarkowego o stężeniu 75–90% wagowych, użytego w ilości dwukrotnie większej od teoretycznie potrzebnej do zulfonowania zawartego w oleju tionaftenu. Z otrzymanej mieszaniny wydziela się warstwę oleistą i w znany sposób zubożętnia się zawarte w niej składniki kwaśne roztworem ługu sodowego. Ze zubożętnionej masy oddziela się wodną warstwę ługu sodowego, zaś pozostały olej poddaje się rektyfikacji w celu wydzielenia czystego naftalenu.

Otrzymany produkt jest wolny od związków nienasyconych, związków azotu i związków siarki.

Pozostałość podestylacyjna stanowi wysokogatunkowy nie starzejący się olej płuczkowy, co jest dodatkową zaletą wynalazku.

P r z y k ł a d Do reaktora wyposażonego w mieszadło i płaszcz grzejny daje się 120 g oleju naftalenowego zawierającego wagowo 75% naftalenu, 15,5% innych węglowodorów, 0,5% homplogów fenolu, 4,5% zasad pirydynowych, 2,5% organicznych związków nienasyconych i 2% związków siarki w przeliczeniu na tionaften, ogrzewa do 82°C i dodaje się 20 ml wodnego roztworu ługu sodowego o stężeniu 22% wag. Miesza się w temperaturze 82–87°C około pół godziny, po czym przenosi się do rozdzielacza wyposażonego w płaszcz grzejny i po odstaniu się oddziela dolną warstwę ługu, olej zaś zawraca się do reaktora. Odfenolowany olej miesza się z 30 g kwasu siarkowego o stężeniu 25% w temperaturze 80–87°C w ciągu pół godziny, po czym znowu przenosi do rozdzielacza i po odstaniu się odpuszcza dolną warstwę kwasu siarkowego, zaś uwolniony od zasad olej zawraca się do reaktora. Dodaje się 3,5 ml kwasu siarkowego o stężeniu 77% wag., miesza się w temperaturze 85–90°C pół godziny, następnie dodaje się 12 ml wody i po wymieszaniu przenosi się do rozdzielacza, w którym po odstaniu oddziela się kwas porafinacyjny, zaś rafinowany olej zawraca się do reaktora. Dodaje się 3 ml kwasu siarkowego o stężeniu 77% wag. i miesza się 40 minut, utrzymując temperaturę 85–90°C. Następnie dodaje się 12 ml wody i po wymieszaniu przenosi do rozdzielacza, w którym po odstaniu oddziela się kwas posulfonacyjny zaś olej zawraca się do reaktora. W temperaturze 80–85°C olej zubożętnia się 20 ml ługu sodowego o stężeniu 22% wag. i oddziela w rozdzielaczu warstwę ługu. Otrzymuje się 105 g czystego naftalenu.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wydzielenia czystego naftalenu z oleju naftalenowego pochodzenia węglowego, odfenolowanego działaniem ługu sodowego, znamieny tym, że olej naftalenowy poddaje się w temperaturze 70–90°C działaniu kwasu siarkowego o stężeniu 20–30% wagowych, użytego w ilości stanowiącej 30% nadmiar w stosunku do ilości teoretycznie potrzebnej do związania zasad pirydynowych po czym, po odstaniu, oddziela się z masy reakcyjnej warstwę wodną, zaś pozostały olej poddaje się w temperaturze 80–95°C działaniu kwasu siarkowego o stężeniu 75–90 wagowych w ilości 3–4% wagowych w stosunku do wagi oleju, następnie oddziela się olej od kwasu i w temperaturze 80–95°C olej poddaje po raz drugi działaniu kwasu siarkowego o stężeniu 75–90% wagowych, użytego w ilości dwukrotnie większej od teoretycznie potrzebnej do zulfonowania w oleju tionaftenu, po czym z otrzymanej mieszaniny wydziela się warstwę oleistą i w znany sposób zubożętnia się zawarte w niej składniki kwaśne ługiem sodowym, oddziela się z otrzymanej mieszaniny warstwę wodną a ze zubożętnionego oleju wydziela się czysty naftalen na drodze rektyfikacji.

