

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

52053

Patent dodatkowy
do patentu

Zgłoszono: 25.V.1961 (P 96 582)

Pierwszeństwo: 04.VI.1960 Niemiecka
Republika
Federalna

Opublikowano: 22.VIII.1966

Kl. 23 b, 2/01

MKP C 10 g 21/30

UKD **BIBLIOTEKA**
Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Współtwórcy wynalazku: dr Karl Heinz Eisenlohr, dr Hans Wirth
Właściciel patentu: Metallgesellschaft Aktiengesellschaft, Frankfurt
n. Menem (Niemiecka Republika Federalna)

Sposób rozdzielania węglowodorów aromatycznych od niearomatycznych z mieszanin zawierających te węglowodory przez ekstrakcję w fazie ciekłej za pomocą rozpuszczalnika zawierającego N — metylopirolidon

1

Według wynalazku otrzymuje się bardzo czyste związki aromatyczne przez ekstrakcję bogatych w związki aromatyczne mieszanin węglowodorów przy stosowaniu N — metylopirolidonu zawierającego ponad 10—40% wody. Jako materiał wyjściowy do ekstrakcji nadają się zwłaszcza benzen koksowniczy, benzyna wylewna, produkty reformowania produktów ropy naftowej i benzyny kringowe, powstające przy rozszczepianiu frakcji ropy naftowej na olefiny. Produkty wyjściowe mogą być też uprzednio w znany sposób oczyszczane np. przez katalitycznie uwodorniającą rafinację i traktowanie ziemią bielącą lub innymi znanymi środkami.

Pod określeniem związki aromatyczne bardzo czyste należy rozumieć takie węglowodory aromatyczne, które odpowiadają wymaganiom czystości, stawianym zwykle surowcom stosowanym bezpośrednio jako materiał do czułych na zanieczyszczenia chemicznych syntez i przemian. Te specyfikacje są nieco odmienne w zależności od kraju i od celu zastosowania, mieszczą się jednak zawsze powyżej określonych wymagań minimalnych.

Od czystego toluenu wymaga się współczynnika załamania wynoszącego przynajmniej $n_D^{20} = 1,496$, a najczęściej co najmniej 1,4966, w porównaniu ze współczynnikiem załamania chemicznie czystego toluenu, wynoszącym 1,49693. Czyste związki aromatyczne C_8 znajdują się w handlu częstokroć nie jako poszczególne związki, to jest nie oddzielnie jako o, m- p-ksylen i etylobenzen, lecz jako

2

„ksylen czysty”.

Stosowane zwykle dla nich specyfikacje pochodzą w większej części jeszcze z czasu, w którym ksylen uzyskiwano wyłącznie ze smoły węglowej i wobec tego z natury był wolny od związków niearomatycznych, wskutek czego wystarczyło wskazanie zakresu temperatury wrzenia np. 135—145°C, aby zapewnić sobie niezbędny stopień czystości. „Czysty ksylen” wytworzony z mieszanin wyjściowych zawierających związki niearomatyczne, np. z produktów reformowania ropy naftowej, odpowiadający tym specyfikacjom, nie nadawałby się jednak do przeróbki na związki czyste, np. o-ksylen do wytwarzania bezwodnika kwasu ftalowego, p-ksylen do wytwarzania kwasu tereftalowego oraz etylobenzen do wytwarzania styrenu, gdyż do tych celów nie można już przekroczyć zawartości związków niearomatycznych wynoszącej 0,05—0,1%.

Od dłuższego czasu znane są już liczne sposoby rozdzielania mieszanin węglowodorów za pomocą selektywnych rozpuszczalników na dwie fazy rafinatu, przy czym każda z faz zostaje wzbogacona selektywnie w składniki zawarte w produkcie wyjściowym. Jako rozpuszczalniki selektywne stosuje się często heterocykliczne związki pierścieniowe. Można np. oddzielać olefiny od dwuolefin z dobrym wynikiem za pomocą N — metylo-pirolidonu o zawartości wody 1—15%, najkorzystniej 3—7%.

Do wzbogacania związków aromatycznych z mieszanin węglowodorów proponowano przede wszystkim laktony, zwłaszcza butyrolakton. Wiadomo, że stosując butyrolakton o 25% zawartości wody można uzyskać znaczne wzbogacenie toluenu z mieszaniny toluenu i heptanu albo z lekkiej frakcji otrzymanej w procesie hydroformowania można za pomocą butyrolaktonu o 10% zawartości wody uzyskać ekstrakt wzbogacony do 98% zawartości związków aromatycznych. Zna-

ne również jest nieciężkie wydzielanie wzbogaconego w związki aromatyczne ekstraktu o współczynniku załamania $n_D^{25} = 1,5691$ z oleju obiegowego zawierającego 25% związków aromatycznych za pomocą ekstrakcji z zastosowaniem N — metylopirolidonu zawierającego do 5% wody, a także wytwarzanie ekstraktów ze stosunkowo znaczną zawartością związków aromatycznych w ilości do 98% za pomocą związków szeregu oksazolidonu o zawartości 1—20% wody.

Wzbogacenie nawet do 98% zawartości związków aromatycznych odpowiada zawsze jeszcze zawartości 2% zanieczyszczeń to jest zawartości zanieczyszczeń niearomatycznych, która jest 20—200 razy wyższa od tej, jaka jest dopuszczalna przy przeróbce na związki aromatyczne bardzo czyste. Jest rzeczą znaną, że selektywność ekstrakcji przy danym stosunku podziału związków aromatycznych względem związków niearomatycznych w określonym rozpuszczalniku można w pewnym stopniu polepszyć przez zwiększenie liczby stopni ekstrakcji. Dalsze polepszenie efektu rozdzielania jest możliwe jedynie przez zastosowanie rozpuszczalnika przeciwprądowego, dającego się oddzielać od związków aromatycznych za pomocą destylacji, albo też w niektórych przypadkach przez zawracanie ekstraktu. Zarówno zawracanie ekstraktu, jak i stosowanie rozpuszczalnika przeciwprądowego zmniejszają jednak zdolność przerobową urządzenia i powiększają koszty energii i ciepła wobec czego ze względów ekonomicznych jest rzeczą wskazaną stosowanie tych sposobów w zakresie ograniczonym.

Również wiadomo, że selektywność wielu rozpuszczalników można zwiększyć rozcieńczając je wodą, jednakże tylko kosztem ich zdolności rozpuszczania, to jest ilości ekstraktu, jaką dana ilość rozpuszczalnika jest w stanie rozpuścić. Tę wadę można co prawda w pewnym stopniu wyrównać przez podwyższenie temperatury, lecz ten zabieg pomocniczy pociąga za sobą szereg innych niedogodności, między innymi te, że aparaturę trzeba wyłożyć wykładziną odporną na ciśnienie.

W celu otrzymania produktów o bardzo wysokiej czystości, trzeba olefiny i nafteny usunąć z ekstraktu o wiele dokładniej, niż to jest możliwe za pomocą rozpuszczalników zwykle stosowanych. Tak więc np. benzen nie może zawierać cykloheksanu więcej niż 0,2%, jeśli jego temperatura topnienia nie ma obniżyć się poniżej 5,4°C. Jeśli wymagana jest temperatura topnienia 5,5°C, wtedy zawartość cykloheksanu w benzenie nie może przekroczyć nawet 0,01%. Zupełnie podobne warunki istnieją w przypadku zanieczyszczeń toluenu i ksylenów.

Stosowany do selektywnej ekstrakcji rozpuszczalnik musi więc niezwykle selektywnie rozdzielać benzen od cykloheksanu, gdyż późniejsze oddzielenie cykloheksanu od benzenu na drodze rektyfikacji wobec bardzo podobnych prężności pary tych dwóch składników jest bardzo trudne. Tak więc np. w celu zmniejszenia zawartości cykloheksanu w zanieczyszczonym benzenie z 1% do 0,01%, potrzebna jest kolumna z 60 teoretycznymi półkami i 150-krotne zawracanie, w stosunku do destylatu pobranego jako azeotrop w ilości około 2,5% wsadu.

Ponadto rzeczą szczególnie ważną jest możliwość niska lepkość rozpuszczalnika. Gdy lepkość jego jest zbyt wysoka, w kolumnach ekstrakcyjnych np. w kolumnach z półkami sitowymi, kolumnach ekstrakcyjnych z tarczami wirującymi i podobnych, nie odbywa się wystarczająca wymiana substancji. Aby tę wymianę spowodować trzeba stosować baterie mieszarek i osadników. W tym przypadku rozdzielanie obydwu faz między poszczególnymi stopniami stwarza praktycznie trudności nie do przewyciężenia. Wobec tego, przy stosowaniu rozpuszczalników o zbyt wysokiej lepkości, trzeba ją obniżyć przez podwyższenie temperatury, co jednak powoduje inne trudności, np. obniżenie selektywności, zwiększenie obawy rozkładu i korozji oraz potrzebę stosowania aparatury odpornej na ciśnienie.

Do uzyskania związków aromatycznych bardzo czystych przez ekstrakcję z mieszanin związków niearomatycznych, z licznych znanych selektywnych rozpuszczalników można było stosować z pożytkiem tylko niektóre, podczas gdy wszystkie inne z różnych ważnych przyczyn technicznych i ekonomicznych były niezdadne do użytku. Tak więc np. alkanodwunitryle, γ -butyrolakton i cyanoeter glikolu dwuetylenowego są nieodpowiednie ze względu na niedostateczną trwałość chemiczną i cieplną.

Niektórych z wymienionych substancji, jak np. dwumetylohydantoiny nie można stosować dlatego, że są niedostępne w skali wielkoprzemysłowej. Inne, jak np. furfuroł, fenol i krezole wykazują niską selektywność, której i przez dodanie wody nie można odpowiednio poprawić.

W przypadku pirydyny, oprócz złej selektywności, dochodzi jeszcze ta niedogodność, że jej temperatura wrzenia mieści się akurat w zakresie temperatur wrzenia ekstrahowanych związków aromatycznych, co praktycznie uniemożliwia ekonomiczne odzyskiwanie tych związków zarówno z fazy ekstraktu, jak i z fazy rafinatu.

Jedynymi rozpuszczalnikami, które ze względem powodzeniem stosowano do otrzymywania ekstraktu nadającego się do dalszej przeróbki na czyste związki aromatyczne z mieszanin węglowodorów bogatych w związki aromatyczne są niskie poliglikole etylenowe, a mianowicie glikol dwu-, trój- i czteroetylenowy. Wykazują one dostateczną selektywność względem związków aromatycznych w stosunku do olefin i naftenów, tak, że przy dostatecznej liczbie stopni ekstrakcji można uzyskać ekstrakt dostatecznie czysty.

Zdolność rozpuszczania tych związków jest jednak tak mała i ich lepkość tak znaczna, że urzą-

dzenie ekstrakcyjne musi pracować w temperaturze bardzo podwyższonej, a mianowicie w temperaturze 130°C.

Wynalazek wskazuje możliwość ominięcia niedomagań sposobów znanych.

Niespodziewanie stwierdzono, że selektywność N — metylopirolidonu, w dalszym ciągu opisu określonego skrótem NMP, znanego jako środek ekstrakcyjny do otrzymywania frakcji wzbogaconych w związki aromatyczne, można zwiększyć przez dokładnie dozowane rozcieńczanie go wodą. Zwiększa się również wtedy selektywność w stosunku do zanieczyszczeń najbardziej trudnych do usunięcia, jak np. olefin i naftenów, dorównując, a nawet przewyższając selektywność poliglikolów etylenowych, przy czym jednak lepkość i zdolność rozpuszczania związków aromatycznych są znacznie wyższe od tych, jakie wykazują poliglikole etylenowe. Tak np. NMP o zawartości wody wynoszącej 15% wykazuje w temperaturze 20°C lepkość 4,2 c St, zaś 43,5 c St dla glikolu trójetylenowego w tej samej temperaturze. Stosując NMP z 15% wody jako środek ekstrakcyjny można więc np. z mieszaniny wyjściowej, zawierającej 25% benzenu, 25% toluenu, 10% ksylenu i 40% związków niearomatycznych, z czego 2,5% cykloheksanu (to jest 10% zawartości benzenu) w aparacie ekstrakcyjnym o jedynie 22 półkach teoretycznych, uzyskać ekstrakt, z którego przez zwykłe oddestylowanie można otrzymać bezpośrednio benzen o temperaturze topnienia 5,5°C, co odpowiada czystości wynoszącej co najmniej 99,99%.

Tej znacznej czystości nie osiąga się jednak kosztem znacznie zmniejszonej wydajności, gdyż benzen o wymienionej czystości można uzyskać z wydajnością 99,5% zawartości benzenu w materiale wyjściowym. Ponieważ NMP nie powoduje korozji, jest termicznie i chemicznie trwałe i można go wytwarzać w sposób wielkoprzemysłowy po cenie umiarkowanej, nie istnieją przy jego wykorzystaniu niedogodności wynikające ze stosowania innych znanych środków ekstrakcyjnych. Znacznie wyższa w porównaniu z uzyskiwanymi czystymi związkami aromatycznymi, temperatura topnienia NMP wynosząca 204°C umożliwia w czasie destylacji nie tylko pobieranie ekstraktu aromatycznego u góry aparatu, a rozpuszczalnika u dołu w postaci błota, co pod względem ekonomii cieplnej jest korzystne, lecz także przeprowadzanie tego rozkładu za pomocą niewielkiej liczby półek (mniej więcej 5—10 półek zależnie od składu ekstraktu) i niskiego stopnia deflegmacji.

Według wynalazku granice rozcieńczania NMP mieszczą się w zakresie od powyżej 10% do maksymalnie 40% zawartości wody. NMP rozcieńczony wodą w ilości mniej więcej do 10% wykazuje bowiem, jak inne znane środki ekstrakcyjne o większej zdolności rozpuszczania tę wadę, że przy wzrastającym nasycaniu się związkami aromatycznymi pobiera z mieszaniny zawierającej związki niearomatyczne, te ostatnie również w ilości zwiększonej, przy czym pobieranie związków niearomatycznych wzrasta jeszcze bardziej niż pobieranie związków aromatycznych.

Dopiero powyżej 10% zawartości wody zjawisko

to się zmienia, to jest po przekroczeniu krytycznej zawartości związków aromatycznych w fazie ekstrakcyjnej przy dalszym nasyceniu rozpuszczalnika związkami aromatycznymi z mieszaniny zawierającej związki niearomatyczne, pobierane są zmniejszające się ilości związków niearomatycznych. Granica zawartości wody w rozpuszczalniku i zawartości związków aromatycznych w ekstrakcie, przy której ta zmiana następuje, zależy od kilku czynników, jak np. od składu mieszaniny wyjściowej i przede wszystkim od temperatury procesu. Przekraczając dolną granicę 10% zawartości wody istnieje jednak w każdym przypadku gwarancja, że wspomniana zmiana dla wszelkich praktycznych wchodzących w rachubę składów mieszaniny wyjściowej następuje w temperaturach, które przynajmniej przez pewien czas stanowią temperaturę otoczenia i wobec tego mogą być zachowywane bez sztucznego chłodzenia.

Przy dalszym wzroście dodatku wody wzrasta selektywność NMP w stosunku do związków aromatycznych, podczas gdy zdolność rozpuszczania zmniejsza się tylko nieznacznie i dopiero po przekroczeniu mniej więcej 40% zawartości wody zmniejsza się bardziej stromo. Z tej przyczyny, według wynalazku przewidziana jest zawartość wody wynosząca powyżej 10% do mniej więcej 40%.

Uzyskiwany w ten sposób wzrost selektywności, przy zachowaniu zdolności rozpuszczania, częstoć nie wystarcza jednak jeszcze, aby z będących do dyspozycji przemysłu mieszanin wyjściowych przy zastosowaniu możliwie małej liczby półek uzyskać bezpośrednio ekstrakt, odpowiadający wysokim wymaganiom odnośnie czystości, aby uczynić go zdatnym do dalszej przeróbki na związki aromatyczne czyste. Dlatego też dodatkowo stosuje się znane skądinąd zawracanie ekstraktu i/lub przeciwnieprądowe wprowadzanie przeciworozpuszczalnika, aby tylko w jednym zabiegu roboczym uzyskać ekstrakt o wymaganej czystości. Jako przeciworozpuszczalniki stosuje się według wynalazku niskowrzące węglowodory, to jest takie, których temperatura wrzenia jest niższa od temperatury wrzenia uzyskiwanych frakcji związków aromatycznych, najkorzystniej pentan.

Sposób według wynalazku polega w zasadzie na tym, że mieszaninę wyjściową doprowadza się do wielopółkowego urządzenia ekstrakcyjnego, np do kolumny ekstrakcyjnej, mniej więcej pośrodku, i podaje na jednym jej końcu rozpuszczalnik składający się z NMP o zawartości wody w ilości powyżej 10% do mniej więcej 40%, na drugim zaś końcu — część uzyskanego ekstraktu i/lub przeciworozpuszczalnik. Uwolnioną w znacznym stopniu od związków aromatycznych fazę rafinatu pobiera się z urządzenia ekstrakcyjnego na tym końcu, na którym dodaje się rozpuszczalnik, a fazę ekstraktu praktycznie całkowicie wolną od związków niearomatycznych pobiera się na końcu, na którym podaje się ekstrakt powrotny lub przeciworozpuszczalnik.

Szczególnie korzystne jest równoczesne prowadzenie w przeciwnieprądzie przeciworozpuszczalnika i stosowanie powrotnego ekstraktu, gdyż w ten

sposób nasycanie rozpuszczalnika związkami aromatycznymi przesunięte zostaje jeszcze dalej do zakresu, w którym jego zdolność pobierania związków niearomatycznych znów maleje. Równoczesne stosowanie przeciwrozpuszczalnika i ekstraktu powrotnego umożliwia stosowanie obydwu substancji pomocniczych łącznie w mniejszej ilości, niż gdyby trzeba było je stosować każdą oddzielnie.

Umożliwia to zastosowanie mniejszej ilości rozpuszczalnika nawet wtedy, gdy chodzi o otrzymanie związków aromatycznych o najwyższej czystości. Można więc uzyskać np. benzen o najwyższej czystości o temperaturze topnienia $5,5^{\circ}\text{C}$ stosując rozpuszczalnik w ilości 5—7 części wagowych na każdą część wagową związków aromatycznych zawartych w mieszaninie wsadowej. Uzyskuje się to najprościej w ten sposób, że do wielostopniowego urządzenia ekstrakcyjnego wprowadza się powrotny ekstrakt łącznie z przeciwrozpuszczalnikiem na tym końcu urządzenia, na którym pobierana jest faza ekstraktu.

W tym przypadku najkorzystniej jest prowadzić destylacyjny rozkład fazy ekstraktu tak, aby uzyskać ekstrakt praktycznie całkowicie wolny od przeciwrozpuszczalnika, a przeciwrozpuszczalnik zawierający znaczne jeszcze ilości ekstraktu.

Korzystne wartości równowagi podziału podaje niżej zamieszczona tablica, uwidaczniająca wyniki dwóch doświadczeń, prowadzonych przy użyciu mieszaniny wzorcowej składającej się z benzenu i heksanu. Pierwsze doświadczenie prowadzono przy użyciu mieszaniny wzorcowej zawierającej 70% objętościowych benzenu i 30% objętościowych n — heksanu, drugie zaś doświadczenie prowadzono przy użyciu mieszaniny wzorcowej zawierającej 92% objętościowych benzenu i 8% objętościowych n — heksanu. Jako rozpuszczalnik zastosowano NMP z 25% objętościowymi wody, który zastosowano w ilości 1 część objętościowa NMP zawierającego wodę na każdą część objętościową mieszaniny węglowodorów. Dane stężenia odnoszą się do mieszanin wolnych od rozpuszczalnika.

Tablica

Mieszanina: 10 części objętościowych NMP+3,3 części objętościowych wody

Rozpuszczalność czystego benzenu w tej mieszaninie w temperaturze 20°C wynosi 6 części objętościowych.

		Doświadczenie 1	Doświadczenie 2
skład fazy rafinatu:	benzen w % objętościowych heksan w % objętościowych	59,8 40,2	87,4 12,6
skład fazy ekstraktu:	benzen w % objętościowych heksan w % objętościowych	95,5 4,5	98,4 1,6

W ogólniejszej formie, wysoka selektywność wynika z przedstawionego na rysunku jako fig. 3 wykresu trójskładnikowego układu benzen-heksan-

— NMP (z 25% wody) w temperaturze 20°C . Wysoka selektywność rozpuszczalników zawierających NMP umożliwia rozkład frakcji o bardzo szerokich granicach wrzenia na drodze ekstrakcji. Tak np. nie jest konieczne w przypadku otrzymywania związków aromatycznych za pomocą rozpuszczalników zawierających NMP oddestylowywanie z wyżej wymienionych produktów wyjściowych frakcji C_5 i niżej wrzących albo części węglowodorów C_6 , co konieczne jest w przypadku różnych znanych sposobów ekstrahowania związków aromatycznych.

Sposób według wynalazku jest poniżej bliżej wyjaśniony schematycznie i przykładowo na podstawie rysunków i przykładów.

Przykład I. Mieszanina węglowodorów składa się z 50% związków niearomatycznych o temperaturze wrzenia $50\text{--}160^{\circ}\text{C}$, 23% benzenu, 15% toluenu, 8% ksylenu i 4% wyższych związków aromatycznych.

Rozpuszczalnik stosowany do rozdziału składa się z 78,5% N — metylopirolidonu (NMP) i 21,5% wody.

Na fig. 1 przedstawiono schematycznie sposób postępowania według wynalazku. Do kolumny ekstrakcyjnej 1 o sprawności 20 pól teoretycznych doprowadza się przewodem 2 mniej więcej na połowie wysokości kolumny rozdzielaną mieszaninę węglowodorów. W górnej części kolumny przewodem 3 wprowadza się rozpuszczalnik, który postępując w dół wzbogaca się w związki aromatyczne. Na 100 części produktu wsadowego doprowadza się 300 części rozpuszczalnika. U dołu kolumny ekstrakcyjnej przewodem 4 odprowadza się rozpuszczalnik z rozpuszczonymi związkami aromatycznymi pozbawionymi węglowodorów niearomatycznych, zaś u góry kolumny przewodem 5 odprowadza się węglowodory niearomatyczne.

Równocześnie u dołu kolumny przewodem 6 wprowadza się powrotny ekstrakt, składający się ze związków aromatycznych oddzielonych od rozpuszczalników. Na 100 części mieszaniny wsadowej potrzeba 40 części powrotnego ekstraktu. Rozpuszczalnik zawierający związki aromatyczne opuszczający kolumnę przewodem 4 przeprowadza się przewodem 7 do kolumny odpędowej 8, w której odpędza się związki aromatyczne od rozpuszczalnika za pomocą żywej pary doprowadzanej przewodem 26. Mieszanina związków aromatycznych i pary wodnej opuszcza kolumnę odpędową 8 przewodem 9, następnie skrapla się ją w chłodnicy 10 i rozdziela w rozdzielaczu 11 na wodę i fazę związków aromatycznych.

Związki aromatyczne z rozdzielacza odprowadza się z urządzenia przewodami 12 i 13 i można je następnie rozdzielić za pomocą prostej destylacji na czyste składniki aromatyczne: benzen, toluen i ksylen. Część związków aromatycznych z rozdzielacza 11 wraca przewodami 12 i 6 do ekstraktora. Przewodem 14 odprowadza się z rozdzielacza wodę, którą częściowo usuwa się z procesu przewodem 15, a częściowo wprowadza przewodem 16 do zregenerowanego w kolumnie 8 rozpuszczalnika przesyłanego do kolumny 1. Roz-

puszczalnik wolny od związków aromatycznych opuszcza kolumnę 8 przewodem 17 i po uzupełnieniu wodą do pożądanej zawartości przesyłany jest przewodem 3 do kolumny ekstrakcyjnej 1.

Związki niearomatyczne wychodzące z kolumny ekstrakcyjnej przewodem 5 zawierają jeszcze małą ilość rozpuszczalnika, od którego uwalnia się je w kolumnie 18 za pomocą pary wprowadzanej przewodem 27. Związki niearomatyczne wchodzi do tej kolumny przewodem 19 i opuszczają ją przewodem 20, po czym zostają skroplone w chłodnicy 21 i oddzielone od ewentualnie porwanej wody w rozdzielaczu 22, a następnie odprowadzone przewodem 25. Przewodem 24 usuwa się małe ilości wody z rozdzielacza 22. Rozpuszczalnik uwolniony od związków niearomatycznych opuszcza kolumnę 18 przewodem 23, po czym przewodem 3 wprowadza się go z powrotem do kolumny 1 razem z rozpuszczalnikiem opuszczającym kolumnę 8 przewodem 17.

W ekstrakcji doświadczalnej według tego schematu otrzymano czysty benzen o temperaturze krystalizacji 5,5°C, benzen i toluen o czystości powyżej 99,8%.

Przykład II. Tę samą mieszaninę wsadową jak w przykładzie I traktowano według schematu przedstawionego na fig. 2 rozpuszczalnikiem składającym się z 85% NMP i 15% wody. Rozdział przeprowadzono w 20-stopniowej kolumnie ekstrakcyjnej 31, do której przewodem 32 wprowadza się mieszaninę wsadową. Przewodem 33 wprowadza się mieszaninę NMP — wodą w ilości 360 części rozpuszczalnika na 100 części mieszaniny wsadowej. Rozpuszczalnik opuszcza kolumnę ekstrakcyjną przewodem 34 razem z węglowodorami aromatycznymi zawartymi w cieczy dopływającej.

Przewodem 35 doprowadza się do kolumny ekstrakcyjnej jako rozpuszczalnik przeciwprądowy mieszaninę węglowodorów wrzącą poniżej 50°C, zawierającą głównie pentan. Pentan płynie w przeciwprądzie do NMP w kierunku do góry, unosząc ze sobą związki niearomatyczne, z którymi opuszcza kolumnę przewodem 36. NMP wzbogacony w węglowodory aromatyczne odprowadza się przewodem 34 i 37 do kolumny odpędowej 38, w której rozpuszczone związki aromatyczne zostają oddzielone od NMP za pomocą żywej pary. Rozpuszczalnik zawraca się przewodami 39 i 33 z powrotem do kolumny ekstrakcyjnej 31.

Wychodzące z kolumny odpędowej 38 przewodem 40 pary związków aromatycznych i wody skrapla się w chłodnicy 41 i rozdziela w rozdzielaczu 42 na fazę wodną i węglowodorową. Wodę w potrzebnej ilości doprowadza się z powrotem przewodem 43 do obiegu kołowego rozpuszczalnika, a nadmiar wody odprowadza się z urządzenia przewodem 44. Oddzielone w rozdzielaczu 42 związki aromatyczne przechodzą przewodem 45 do kolumny destylacyjnej 46, w górnej części której odbiera się przewodem 47 czysty benzen.

Opuszczający proces ekstrakcji rozpuszczalnik zawiera jeszcze małe ilości pentanu z rozpuszczalnika przeciwprądowego, z którym się stykał. Pentan oddestylowany w kolumnie 46 odprowadza się przewodem 49, skąd poprzez chłodnicę 50 przewodami 51 i 35 zawraca się go do ekstrakcji. Główna część rozpuszczalnika przeciwprądowego razem ze związkami niearomatycznymi opuszcza kolumnę ekstrakcyjną 31 przewodem 36 i przechodzi przewodem 52 do kolumny destylacyjnej 53. W dolnej części kolumny 53 odbiera się przewodem 54 małą ilość NMP wprowadzoną ze związkami niearomatycznymi i zawraca przewodem 33 do obiegu kołowego rozpuszczalnika.

U góry kolumny 53 odprowadza się przewodem 55 oddestylowany pentan, który skrapla się w chłodnicy 56 i który zawraca się przewodami 51 i 35 do obiegu kołowego. Związki niearomatyczne zawarte w materiale dopływającym odprowadza się z kolumny 53 przewodem bocznym 57, skrapla w chłodnicy 58 i odprowadza z urządzenia przewodem 59. Kolumnę 38 ogrzewa się żywą parą doprowadzaną przewodem 60. Kolumny 53 i 46 ogrzewa się parą przeponowo za pomocą przewodów 61 i 62. Pozostałość z kolumny 46 odprowadzana przewodem 63 składa się z toluenu, ksylenu i wyższych związków aromatycznych i w celu przeróbki może być doprowadzona do dalszego układu kolumn. W doświadczeniu według tego schematu otrzymano benzen o temperaturze krystalizacji 5,5°C, z wydajnością 99,5%.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób rozdzielania węglowodorów aromatycznych od niearomatycznych z mieszanin zawierających te węglowodory przez ekstrakcję w fazie ciekłej za pomocą rozpuszczalnika zawierającego N — metylopirolidon oraz doprowadzanie do niego w przeciwprądzie ekstraktu powrotnego i/lub rozpuszczalnika przeciwprądowego składającego się z węglowodorów o temperaturze wrzenia różniącej się od temperatury wrzenia uzyskiwanych związków aromatycznych **znamienny tym**, że mieszaninę węglowodorów o znacznej zawartości związków aromatycznych ekstrahuje się za pomocą N — metylopirolidonu zawierającego 10—40% wagowych wody, przy czym w przeciwprądzie do rozpuszczalnika doprowadza się ekstrakt powrotny i/lub rozpuszczalnik przeciwprądowy, składający się z węglowodorów, których temperatura wrzenia jest niższa od temperatury wrzenia uzyskiwanych związków aromatycznych, zwłaszcza z pentanu, a uzyskany ekstrakt związków aromatycznych poddaje się przeróbce w znany sposób.
2. Sposób według zastrz. 1 **znamienny tym**, że ekstrakcji poddaje się mieszaninę węglowodorów aromatycznych i niearomatycznych uprzednio oczyszczoną na drodze rafinacji katalityczno-uwodorniającej.

Fig. 1

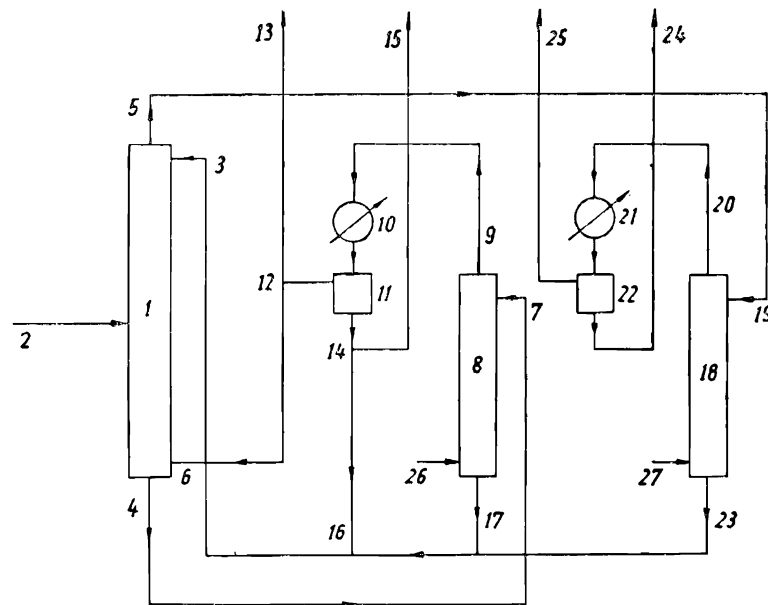
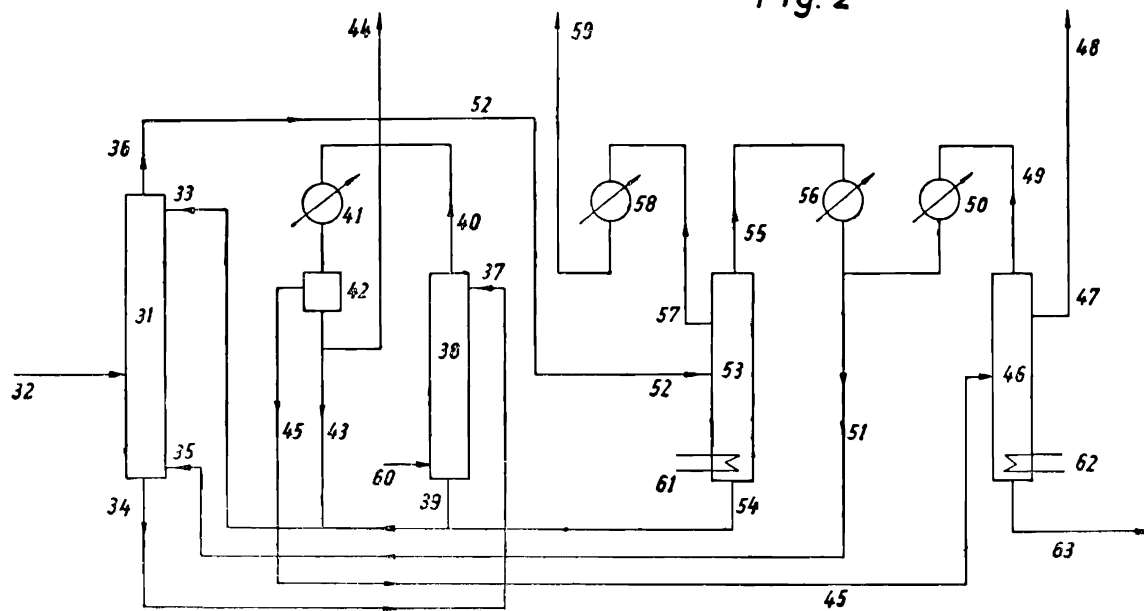


Fig. 2



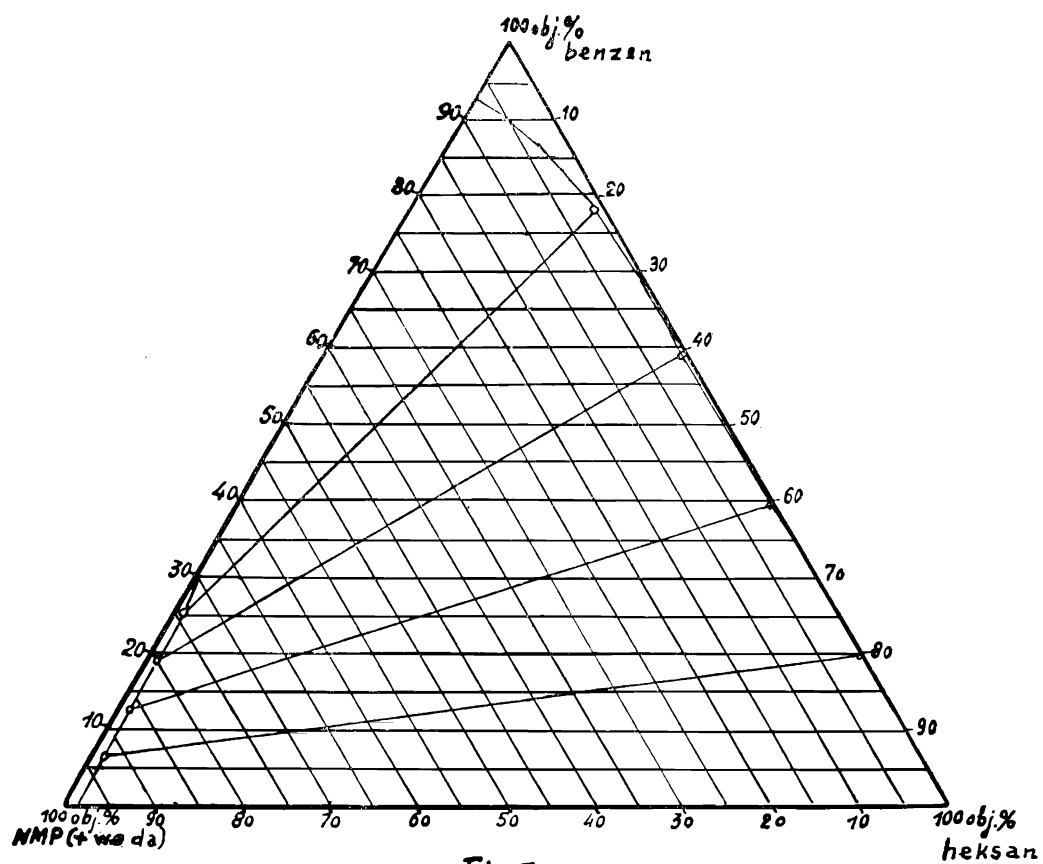


Fig.3