

POLSKA  
RZECZPOSPOLITA  
LUDOWA



URZĄD  
PATENTOWY  
PRL

# OPIS PATENTOWY

51837

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

Zgłoszono: 30.I.1964 (P 103 584)

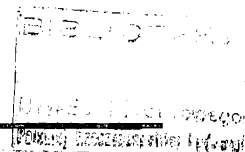
Pierwszeństwo: \_\_\_\_\_

Opublikowano: 5.X.1966

Kl. 12 o, 1/04

MKP C-10-g  
Cofc 7/06

UKD



Twórca wynalazku: dr Paweł Szynagel

Właściciel patentu: Instytut Technologii Nafty, Kraków (Polska)

## Sposób wyodrębniania z benzyny n-heksanu wolnego od związków aromatycznych, o czystości powyżej 99%

1

Dla celów analizy chemicznej, a szczególnie spektroskopowej w ultrafiolecie używany jest jako odczynnik n-heksan, względnie frakcja heksanowa nie zawierająca związków aromatycznych. Wymagania stawiane tego typu odczynnikowi dotyczą w szczególności jego zdolności przepuszczania fali o długości 2200 Angstrema i 2500 Angstrema, w naczynku o grubości 1 cm. Przepuszczalność ta w pierwszym przypadku powinna wynosić najmniej 70%, w drugim najmniej 90%.

Ponadto dla celów analizy przy pomocy chromatografii gazowej konieczne jest stosowanie jako wzorca n-heksanu o maksymalnej czystości. Otrzymanie takiego odczynnika jest bardzo trudne technologicznie, gdyż ani stosowanymi dotychczas metodami wielokrotnego frakcjonowania, absorpcji w kwasie siarkowym, ani adsorpcją na ziemiach aktywnych i węgla aktywowanym nie uzyskuje się wymaganych właściwości i już ślady zanieczyszczeń dyskwalifikują preparat jako odczynnik dla celów spektroskopowych i chromatograficznych.

Będący w użyciu heksan na przykład firmy British Drug Houses zawiera tylko 50% n-heksanu, resztę stanowi mieszanina innych węglowodorów (naftenów i izoparafina). Skład takiego preparatu wyklucza jego użycie jako wzorca w analizie chromatograficznej.

N-heksan otrzymany sposobem według wynalazku obok innych zastosowań, gdzie pożądana jest wysoka czystość, nadaje się specjalnie jako wzo-

2

rzec do chromatografii gazowej oraz jako rozpuszczalnik dla celów spektroskopowych.

Wyodrębnianie heksanu o czystości wymaganej dla celów spektroskopowych i chromatograficznych sposobem według wynalazku polega na tym, że do wyodrębnionej przez destylację frakcji benzyny lub gazoliny o temperaturze wrzenia w granicach 65—70°C zawierającej n-heksan, izoheksany, metylocyklopentan i benzen, dodaje się alkoholu metylowego w stosunku objętościowym od 1:0,4 do 1:1 i destyluje mieszaninę azeotropową na kolumnie destylacyjnej o sprawności około 40 półek teoretycznych. W tych warunkach azeotropy zanieczyszczeń towarzyszących heksanowi z alkoholem metylowym destylują do temperatury 49,9°C przy 760 mm Hg.

Od temperatury 49,9°C do 50,1°C przy 760 mm Hg destyluje frakcja azeotropowa n-heksanu z alkoholem metylowym, z której uzyskuje się czysty n-heksan. Od temperatury 50,1°C destylują azeotropy innych zanieczyszczeń głównie metylocyklopentanu i benzenu z alkoholem metylowym.

Frakcję azeotropową destylującą w granicach 49,9—50,1°C przy 760 mm Hg zawierającą około 50% n-heksanu i 50% alkoholu metylowego uważa się od alkoholu przez kilkakrotne przemycie wodą a następnie suszenie przy pomocy na przykład siarczanu sodu.

Uzyskany n-heksan posiada czystość powyżej 99% i jest wolny od związków aromatycznych. Je-

go przepuszczalność w naczyniu o grubości 1 cm dla fali 2 200 Angstrema wynosi około 70% a dla fali 2 500 Angstromów wynosi około 90%.

#### Zastrzeżenie patentowe

Sposób wyodrębniania z benzyny n-heksanu wolnego od związków aromatycznych, o czystości powyżej 99% na drodze poddawania destylacji azeo-

tropowej oddzielonej z benzyny frakcji zawierającej n-heksan, izoheksany, metylocyklopentan i benzen, **znamienny tym**, że do wydzielonej frakcji benzyny wprowadza się jako czynnik azeotropujący alkohol metylowy w stosunku objętościowym 1:0,4 — 1:1, po czym w temperaturze 49,9—50,1°C odbiera azeotrop n-heksanu z alkoholem metylowym, z którego n-heksan uwalnia się przez wymycie alkoholu wodą i osuszenie.