



## Sposób oczyszczania naftalenu

### Zastrzeżenie patentowe

Sposób oczyszczania naftalenu dla otrzymywania naftalenu wysokiej czystości z naftalenu surowego przez krystalizację z roztworu rozpuszczalnika metanolowego zawierającego co najmniej 80% wagowych metanolu oraz acetonu w ilości do 10% wagowych i wodę w ilości do 2% wagowych, w procesie obejmującym krystalizację, filtrację, przemywanie, wirowanie, topienie i odpędzenie resztek rozpuszczalnika, **znamienny tym**, że ług macierzysty z krystalizacji (I) destyluje się i zregenerowany rozpuszczalnik zawraca do procesu przemywania repulsacyjnego placka filtracyjnego (I) zaś pozostałość po destylacji poddaje się rekrystalizacji (II) z rozpuszczalnika metanolowego zawierającego 2,0 do 6,0% wagowych zanieczyszczeń wprowadzanych do procesu z naftalenem surowym i do 11% wagowych naftalenu, a następnie mieszaninę pokryształizacyjną (II) poddaje się periodycznej filtracji aż do uzyskania placka filtracyjnego (II) o grubości od 70 do 100 cm, po czym plack ten poddaje się przemywaniu wypierającemu (II) roztworem rozpuszczalnika metanolowego zawierającego od 0,5 do 1,5% wagowych zanieczyszczeń wprowadzanych do procesu z naftalenem surowym, przy czym stosuje się od 0,3 do 0,6 części wagowych rozpuszczalnika metanolowego na 1 część wagową placka filtracyjnego (II), który następnie poddaje się przemywaniu repulsacyjnemu (II) regenerowanym rozpuszczalnikiem metanolowym w ilości 0,8 do 1,0 części wagowej na 1 część wagową placka filtracyjnego i tak uzyskany półprodukt zawracany jest do procesu krystalizacji (I), zaś ług macierzysty z rekrystalizacji (II) destyluje się wyprowadzając w pozostałości (III) z destylacji zanieczyszczenia wprowadzone do procesu z naftalenem surowym.

\* \* \*

Przedmiotem wynalazku jest sposób oczyszczania naftalenu w celu otrzymania naftalenu o wysokiej czystości, przez krystalizację naftalenu surowego z roztworów metanolowych zawierających aceton i wodę, a następnie przemywanie otrzymanego kryształu tymi roztworami.

Procesy otrzymywania czystych substancji organicznych przez krystalizację z roztworów metanolowych są powszechnie znane i stosowane, także w odniesieniu do naftalenu. Procesy takie obejmują zwykle operacje krystalizacji, wirowania, przemywania oraz suszenia osadu krystalicznego.

Z patentu St. Zjedn. Ameryki nr 3 649 708 znany jest sposób oczyszczania naftalenu prasowanego przez krystalizację z metanolu przy stosunku masowym metanolu do naftalenu 2:1 w zakresie temperatur od 65° do 20°C, przy czym uzyskane kryształy wydziela się przez wirowanie, przemywa metanolem i ponownie wiruje, a następnie uzyskany produkt suszy. Otrzymany naftalen posiada temperaturę topnienia powyżej 79°C.

Patent ZSRR nr 1 171 450 A obejmuje sposób oczyszczania naftalenu surowego, otrzymanego przez krystalizację oleju naftalenowego, na drodze dwustopniowej krystalizacji z rozpuszczalnika, przy czym pierwszy stopień obejmuje krystalizację naftalenu z metanolu, a drugi stopień obejmuje krystalizację naftalenu z acetonu, przy masowym stosunku rozpuszczalnika w obu stopniach wynoszącym 1 : (1,5 - 1) i końcowej temperaturze krystalizacji od -5°C do -10°C.

W polskim opisie patentowym nr 146 343 opisany jest proces krystalizacji naftalenu z roztworów rozpuszczalników różniących się temperaturą wrzenia nie więcej niż 30°C i tworzących niskowrzące azeotropy dwu- lub wieloskładnikowe.

Wadą tych sposobów jest niska selektywność utrzymywania naftalenu w przypadku, gdy produkt uzyskiwany tym sposobem, posiadać musi szczególnie wysoką czystość.

Celem wynalazku było opracowanie sposobu głębokiego odzysku naftalenu z ubocznych strumieni technologicznych procesu oczyszczania naftalenu dla zawrócenia go do procesu bez pogorszenia jakości finalnego produktu.

Sposób według wynalazku oczyszczania naftalenu surowego przez krystalizację z roztworu rozpuszczalnika metanolowego zawierającego co najmniej 80% wagowych metanolu oraz acetonu w ilości do 10% wagowych i wodę w ilości do 2% wagowych, obejmujący proces krystalizacji, filtracji, przemywania, wirowania, topienia i odpędzenia resztek rozpuszczalnika polega na tym, że ług macierzysty z operacji pierwszej krystalizacji destyluje się i zregenerowany rozpuszczalnik zawraca się do procesu przemywania repulsacyjnego placka filtracyjnego, a pozostałość po destylacji poddaje się rekrystalizacji z rozpuszczalnika metanolowego, zawierającego od 2,0 do 6,0% wagowych zanieczyszczeń wprowadzanych do procesu z naftalenum surowym oraz do 11% wagowych naftalenu, a także do 10% wagowych acetonu i do 2% wagowych wody. Mieszaninę pokryształizacyjną poddaje się filtracji periodycznej prowadzonej aż do uzyskania placka filtracyjnego o grubości od 70 do 100 cm. Placek ten poddaje się przemywaniu wypierającemu roztworem rozpuszczalnika metanolowego, zawierającego od 0,5 do 1,5% wagowych zanieczyszczeń wprowadzanych do procesu z naftalenum surowym. Pość rozpuszczalnika metanolowego użytego do przemywania placka wynosi od 0,3 do 0,6 części wagowych na 1 część wagową placka filtracyjnego. Następnie placek filtracyjny poddaje się przemyciu repulsacyjnemu regenerowanym rozpuszczalnikiem metanolowym w ilości 0,8 do 1,0 części wagowych na 1 część wagową placka filtracyjnego. Tak uzyskany półprodukt zawracany jest do głównego strumienia technologicznego i poddawany oczyszczaniu łącznie z naftalenum surowym.

Sposób według wynalazku, charakteryzuje się wysokim stopniem wydobycia naftalenu ze wszystkich strumieni ubocznych procesu, poprzez wydzielenie i przerób pozostałości z węzła regeneracji rozpuszczalnika, przy czym pozostałość po rekrystalizacji utylizuje się w innym procesie, tak że przedmiotowa technologia nie daje w ogóle odpadów.

Sposób według wynalazku jest objaśniony przy pomocy schematu blokowego przedstawionego na rysunku, obejmującego sposób oczyszczania naftalenu według wynalazku w powiązaniu z ciągiem technologicznym.

P r z y k ł a d. 3 000 kg pozostałości naftalenu po destylacji I rozpuszczalnika metanolowego otrzymanej w procesie oczyszczania naftalenu I, o temperaturze krystalizacji 68,1°C poddano procesowi rekrystalizacji II, w krystalizatorze typu mieszalnika, w 4 000 kg rozpuszczalnika metanolowego o składzie 84,9% wagowych metanolu, 2,5% wagowych acetonu, 0,9% wagowych wody, 2,8% wagowych zanieczyszczeń wprowadzonych do procesu z naftalenum surowym oraz 8,9% wagowych naftalenu. Mieszaninę pokryształizacyjną odfiltrowano na filtrze otrzymując placek filtracyjny o grubości 85 cm i poddano go przemyciu wypierającemu II porcją 1 500 kg rozpuszczalnika metanolowego zawierającego 0,6% zanieczyszczeń, a potem przemyciu repulsacyjnemu II porcją 2 400 kg zregenerowanego rozpuszczalnika metanolowego. Otrzymano osad, którego próbkę wysuszono i oznaczono temperaturę krystalizacji 78,2°C.

