



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

C 07 d, 27/66

Nr 46704

Kl. 12 p, 2
Kl. internat. C 07 d

Polska Akademia Nauk*)
(Instytut Chemii Fizycznej)

Warszawa, Polska

27/66

MS

Sposób wyodrębniania karbazolu z mieszaniny węglowodorów za pomocą destylacji azeotropowej

Patent trwa od dnia 13 maja 1960 r.

Karbazol, stosowany głównie do wyrobu trwałych barwników kadziowych, występuje we frakcji antracenowej smoły węglowej.

Znane są sposoby wydzielania karbazolu z mieszaniny towarzyszących mu węglowodorów, głównie antracenu i fenantrenu na drodze chemicznej, np. przez działanie kwasem siarkowym. Sposoby te jednak są skomplikowane i kosztowne. Jako najprostszy i najekonomiczniejszy sposób wyodrębnienia jednego ze składników mieszanin stosuje się zwykle frakcjonowaną destylację.

Dużą trudność przedstawia wyodrębnienie tym sposobem karbazolu z mieszaniny towarzyszących mu węglowodorów, posiadających zbliżoną temperaturę wrzenia (karbazol — 357°C, antracen — 354°C i fenantren — 340°C), ze względu na niską selektywność kolumn w

tym obszarze temperatur, oraz na złożony poliazeotropowy charakter surowca. Dodatkową trudność sprawia sublimacja wydzielanych destylatów, powodująca zatykanie się przewodów kolumn destylacyjnych.

Trudności te próbowano pokonać przez zastosowanie destylacji azeotropowej, która powoduje obniżenie temperatury wrzenia jednych składników mieszaniny, nie zmieniając temperatury wrzenia innych składników. Istnieją przy tym dwie możliwości: obniżenie temperatury wrzenia karbazolu lub obniżenie temperatury wrzenia towarzyszących mu węglowodorów. Znany jest sposób obniżania temperatury wrzenia karbazolu przez dodatek glikolu etylenowego, który tworząc z nim azeotrop umożliwia otrzymanie karbazolu w destylacie, a antracenu i fenantrenu jako pozostałości poddestylacyjnej. Znane jest też dodawanie do mieszanin zawierających karbazol alkoholi alifatycznych o łańcuchu zawierającym

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest mgr Janina Górczyńska.

6–12 atomów węgla. Alkohole te tworzą azeotrop z antracenenem i fenantrenem, umożliwiając przejście ich do destylatu i otrzymanie karbazolu jako pozostałości w kolbie destylacyjnej. Praktyczne zastosowanie wyżej wymienionych sposobów jest utrudnione, ponieważ zarówno glikol jak i wyższe alkohole ulegają w temperaturze wrzenia daleko posuniętej pirolizie, ponadto są to związki trudno dostępne i drogie.

Sposób według wynalazku polega również na azeotropowym oddestylowaniu towarzyszących karbazolowi zanieczyszczeń, przy zastosowaniu jako czynnika azeotropującego węglowodorów o łańcuchu składającym się z 14–18 atomów węgla lub produktów, których głównymi składnikami są te węglowodory. Stwierdzono, że węglowodory te tworzą z antracenenem i fenantrenem azeotrop wrzący o około 50° niżej od samego antracenu i fenantrenu. Jako wymienione węglowodory stosuje się serię homologów i ich izomerów szeregu alifatycznego, cykloparafinowego lub naftenowego.

W praktycznym zastosowaniu takim produktem, którego głównymi składnikami są węglowodory stanowiące serię homologów i izomerów o łańcuchu składającym się z 14–18 węgli o temperaturze wrzenia 280–300°C, są niektóre frakcje naturalnego lub syntetycznego oleju mineralnego, np. wazelina lub syntyna. Są to produkty tanie, dostępne i nieszkodliwe dla zdrowia.

Sposób według wynalazku umożliwia wyodrębnienie karbazolu z mieszaniny węglowodorów również i w przypadku, gdy występuje on w niewielkim stężeniu.

Przykład: Surowy antracen, zawierający około 7% karbazolu, przedestylowano na kolumnie laboratoryjnej o około 25 półkach teoretycznych z nadmiarem wazeliny. Antracen i zawarte w surowym antracenie węglowodory przedestylowały azeotropowo z wazeliną w temperaturze około 300°C, to jest o pięćdziesiąt kilka stopni poniżej temperatury wrzenia czystego antracenu. W kolbie otrzymano pozostałość, którą stanowił karbazol oraz nadmiar węglowodorów alifatycznych. Po przemyciu tej pozostałości benzyną w celu usunięcia wazeliny i po przesublimowaniu otrzymano z wydajnością około 90% produkt o temperaturze topnienia 236,6°C zawierający powyżej 90% karbazolu.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wyodrębniania karbazolu z mieszaniny węglowodorów za pomocą destylacji azeotropowej, znamienny tym, że do mieszaniny zawierającej karbazol wprowadza się węglowodory o łańcuchu składającym się z 14–18 atomów węgla, stanowiące homologi i ich izomery szeregu alifatycznego, cykloparafinowego lub naftenowego, zwłaszcza, frakcję oleju mineralnego naturalnego lub syntetycznego albo ich mieszaninę, po czym z węglowodorami tymi oddestylowuje się azeotropowo zanieczyszczenia, a pozostały w naczyniu destylacyjnym karbazol oczyszcza dalej znanymi sposobami, przez przemycie, przekrystalizowanie lub przesublimowanie.

Polska Akademia Nauk
(Instytut Chemii Fizycznej)

Zastępca: mgr inż. Aleksander Zetel
rzecznik patentowy