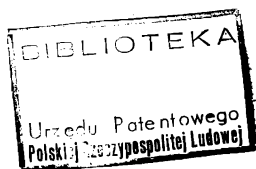


Opublikowano dnia 1 lutego 1955 r.



B01 d 11/02

POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

Nr 36379

Kl. 12 c, 1

Instytut Chemii Ogólnej*)

(Warszawa, Polska)

B01 d 11/02

Sposób rozdzielania roztworów stałych na poszczególne składniki za pomocą ekstrakcji rozpuszczalnikiem

Udzielono patentu z mocą od dnia 6 grudnia 1952 r.

Rozdzielanie roztworów stałych na poszczególne składniki za pomocą ekstrakcji rozpuszczalnikiem napotyka na znaczne trudności, zwłaszcza gdy punkty temperatury topnienia mieszanin o różnej zawartości procentowej składników różnią się nieznacznie.

Obecnie stwierdzono, że trudności tych można uniknąć, jeśli poddać ekstrakcji kryształy roztworów stałych o budowie zonalnej, to jest kryształy, w których zawartość składnika o wyższej temperaturze topnienia maleje stopniowo, składnika zaś o niższej temperaturze topnienia stopniowo wzrasta, poczynając od środka kryształu ku jego powierzchni zewnętrznej. Jest więc rzeczą oczywistą, że przy ekstrakcji rozpuszczalnikiem w ekstrakcie pierwszym zawartość składnika o najniższej temperaturze topnienia będzie najwyższa, natomiast zawartość składnika o najwyższej

temperaturze topnienia będzie najwyższa w ekstrakcie ostatnim.

Stosowanie więc roztworów stałych w postaci kryształów zonalnych do rozdzielania mieszanin na składniki zwiększa w znacznym stopniu selektywność rozpuszczalnika i, jak stwierdzono, umożliwia otrzymywanie poszczególnych składników z wydajnością i o czystości dotychczas nieosiągalnymi za pomocą ekstrakcji.

Stwierdzono, że w przypadku gdy różnica między temperaturą pojawienia się pierwszego kryształu przy powolnej rekrystalizacji a temperaturą całkowitego zestalenia mieszaniny jest nieznaczna, należy dodawać przy stapianiu mieszaniny jednego ze składników układu i to w takiej ilości, aby otrzymać mieszaninę wykazującą możliwie jak największą różnicę między wspomnianymi temperaturami. W przypadku jednak, gdy przez dodatek jednego ze składników roztworu stałego nie można osiągnąć wystarczająco dużej różnicy temperatur, korzystnie jest w myśl

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest mgr inż. W. J. Riedl.

wynalazku dodać substancji nie wchodzącej w skład układu, z którą składniki układu tworzą układy jednofazowe.

Poniżej podane przykłady objaśniają ściśle istotę sposobu stanowiącego przedmiot wynalazku.

Przykład I. 30 g mieszaniny zawierającej 70% karbazolu i 30% antracenu stapia się z dodatkiem 75 ml tetraliny, stop o temperaturze 205° C umieszcza w naczyniu Dewara i pozwala na powolne ostygnięcie, podczas którego tworzą się kryształy o budowie zonalnej. Przy ekstrakcji rozpuszczalnikami otrzymano następujące wyniki

Eks- trakty	Udział wago- wy ekstraktu	Temperatura topnienia ekstraktu
1	11,7%	214, °C
2	13,4%	217,5°C
3	5,5%	224,1°C
4	5,8%	227,0°C
Pozostałość	63,6%	243,2°C
	100,0%	

Jak wynika z powyższego, stosowanie kryształów o budowie zonalnej do rozdzielania roztworów stałych na poszczególne składniki za pomocą ekstrakcji rozpuszczalnikami, pozwala otrzymać jako pozostałość prawie czysty karbazol, którego temperatura topnienia wynosi 244,8° C.

Przy dwukrotnej ekstrakcji temperatura topnienia pozostałości, przy jej udziale procentowym 74,9% wynosi 240,5° C, co odpowiada w przy-

bliżeniu 90%-ej zawartości karbazolu. Już ten produkt odpowiada wymaganiom przemysłu barwników. Wydajność produktu wynosi 95%.

Przykład II. Fenantren zanieczyszczony antracenen i karbazolem rozpuszcza się na gorąco w równej wagowo ilości solventnafty, roztwór o temperaturze 130° C umieszcza w naczyniu Dewara i ochładza powoli do temperatury 20° C, otrzymując w ten sposób kryształy o budowie zonalnej. Po dokładnym odessaniu solventnafty, kryształy zonalne poddaje się ekstrakcji. Pierwsze dwa ekstrakty (udział 67%) zawierały 99%-wy fenantren, trzeci ekstrakt (udział 25%) zawierał fenantren 95%-owy. Pozostałość poekstrakcyjna (udział 8%) zawierała fenantren w ilości poniżej 6,5%.

Przykład III. 1 kg antracenu surowego, zawierającego 30% antracenu i 6% karbazolu poddano dwustopniowej ekstrakcji na zimno 660 g solventnafty, otrzymując 618 g produktu (z przybliżoną zawartością antracenu 47,5%, karbazolu 9,5%) który z kolei ekstrahowano pirydyną. Otrzymano 285,8 g antracenu o temperaturze topnienia 217,2° C, zawierającego 94% antracenu i poniżej 0,2% karbazolu.

Z odcieku pirydynowego otrzymano 325 g mieszaniny zawierającej 17,5% karbazolu, 7,45% antracenu, 75% fenantrenu i związków towarzyszących, którą roztopiono z dodatkiem 325 g tetraliny i bardzo powoli ochładzano w naczyniu Dewara, w celu zonalizacji kryształów. Po odessaniu tetraliny, ekstrahowano solventnaftą w temperaturze 15° C. Otrzymano następujące wyniki:

Ekstrakty	Masa ekstraktów	Udział wago- wy ekstraktów	Temperatura topnienia	Przybliżona za- wartość karbazolu
1	137,0g	52, 8%	98,5°C	2,6%
2	50,7g	20, 2%	106,1°C	
3	17,8g	7,15%	217,5°C	21 %
Pozostałość	49,8g	19, 9%	243,0°C	95 %

W rezultacie otrzymano 47,2 g chemicznie czystego karbazolu. Wydajność karbazolu w procesie 78,8% może być podniesiona do 85% przez zawrócenie trzeciego ekstraktu do obiegu. Wydajność antracenu wzrasta przy tym do 93,2%.

Opisany powyżej sposób rozdzielania roztworów stałych na poszczególne składniki za pomocą ekstrakcji, polegający na poddawaniu kryształów zonalnych ekstrakcji upraszcza i ułatwia znacznie rozdzielanie roztworów stałych nawet takich, których rozdzielanie było przy użyciu metod znanych niemożliwe lub bardzo trudne.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób rozdzielania roztworów stałych na poszczególne składniki za pomocą ekstrakcji

rozpuszczalnikami, znamienny tym, że ekstrakcji poddaje się kryształy o budowie zonalnej.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że w celu wytworzenia kryształów zonalnych, roztwór stały stapia się z dodatkiem jednego ze składników roztworu stałego lub z dodatkiem substancji nie wchodzącej w skład roztworu stałego.

3. Sposób według zastrz. 2, znamienny tym, że jako substancję nie wchodzącą w skład roztworu stałego stosuje się substancję, z którą składniki układu tworzą układy jednofazowe.

Instytut Chemii Ogólnej

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych