

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

OPIS PATENTOWY

67726

Patent dodatkowy
do patentu _____

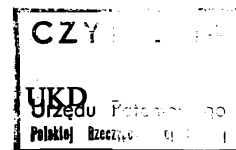
Kl. 12o,1/04

Zgłoszono: 27.II.1969 (P 131 987)

Pierwszeństwo: _____

MKP C07c 15/28

Opublikowano: 16.VII.1973



Współtwórcy wynalazku: Alfred Rabczuk, Irena John

Właściciel patentu: Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej, Blachownia Śląska
(Polska)

Sposób rektyfikacji oleju antracenowego

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób rektyfikacji oleju antracenowego z dodatkiem substancji ułatwiających rozdział karbazolu od antracenu.

Według dotychczas znanych metod wydzielanie antracenu przeprowadza się przez rektyfikację oleju antracenowego pochodzącego z destylacji smoły. W procesie rektyfikacji otrzymuje się frakcję antracenowo-fenantrenową, z której następnie wydziela się antracen.

Według opisu patentowego nr 36250 otrzymuje się antracen wysokoprocentowy o zawartości powyżej 95% antracenu przez destylację niskoprocentowego antracenu z krezolami, o temperaturze wrzenia około 200°C, pochodzącymi z oleju karbolowego lub pozostałości nadtalenowej i następną jego krystalizację z krezolu za pomocą rozpuszczalników takich jak benzen lub solwent-nafta.

Znany jest również sposób wzbogacania antracenu na drodze rektyfikacji oleju antracenowego lub antracenu surowego, w obecności par rozpuszczalników takich jak węglowodory aromatycznych niskowrzących. Dodatek rozpuszczalnika powoduje obniżenie prężności par destylatu.

Oddzielenie karbazolu od antracenu jest trudne i wymaga wielopółkowych kolumn rektyfikacyjnych i dużych refluksów.

Celem wynalazku było otrzymanie wzbogaconej frakcji fenantrenowo-antracenowej oraz wysokoprocentowej frakcji karbazolowej, z oleju antracenowego oraz zwiększenie uzysku antracenu i obniżenie kosztów aparatury i zużycia energii.

2

Stwierdzono, że dodatek do procesu rektyfikacji substancji wrzących pomiędzy temperaturą wrzenia antracenu i karbazolu, ułatwia oddzielenie karbazolu od antracenu.

5 Sposobem według wynalazku rektyfikację oleju antracenowego prowadzi się w obecności dodatku substancji ułatwiających rozdział karbazolu od antracenu. Jako substancje ułatwiające rozdział karbazolu od antracenu stosuje się substancje zawarte w oleju antracenowym w niewielkich ilościach, stanowiące międzyfrakcje o 10 temperaturze wrzenia 345—350°C, to jest o temperaturze pomiędzy temperaturą wrzenia antracenu i karbazolu. Rektyfikację oleju antracenowego prowadzi się na kolumnie wielopółkowej z wypełnieniem pod ciśnieniem normalnym i przy liczbie refluksowej 5.

15 Podczas rektyfikacji odbiera się przedgon do temperatury 338°C zawierający głównie fluoren. W zakresie temperatur 338—345°C odbiera się frakcję fenantrenowo-antracenową zawierającą około 70% wagowych fenantrenu i około 20% wagowych antracenu, resztę stanowią 20 związki bliżej niezidentyfikowane, z których wydziela się antracen przez krystalizację. Następnie odbiera się międzyfrakcję w zakresie temperatur 345—350°C, w której znajdują się w niewielkich ilościach antracen, 25 fenantrydyna, 5,6-benzochinolina, 3-metylofenantren, 2-oksyfluoren i karbazol.

30 W zakresie temperatur 350—357°C odbiera się wzbogaconą frakcję karbazolu, zawierającą około 25% wagowych karbazolu. Uzyskaną międzyfrakcję o zakresie wrzenia 345—350°C zawraca się do kolejnych nastę-

pujących po sobie destylacji oleju antracenowego, dla wydzielenia z niego antracenu wraz z frakcją antraceno-fenantrenową i karbazolu z frakcją karbazolową a co zatem idzie dla wzbogacenia tych frakcji w antracen i karbazol. Dzięki temu olej antracenowy można destylować na niższych kolumnach lub przy mniejszych refluksach, zmniejszając w ten sposób koszty aparaturowe i zużycie energii. Dodatkowym efektem jest zwiększanie uzysku antracenu, który znajduje się w międzyfrakcji i w normalnych warunkach byłby stracony.

Przykład: 1500 g oleju antracenowego I o zawartości antracenu 9%, karbazolu 4,5% posiadający temperaturę krzepnięcia 92°C poddaje się rektyfikacji pod normalnym ciśnieniem na laboratoryjnej kolumnie rektyfikacyjnej. Kolumna o średnicy 27 cm i wysokości roboczej 1350 cm, wypełniona jest trójkątnymi zwijkami o wymiarach 2,5×2,5 cm wykonanymi z drutu kantowego. Podczas rektyfikacji utrzymywano refluks 5:1. W wyniku rektyfikacji odebrano z kolumny do temp. 338°C, 360 g przedgonu, który odrzucono, a w zakresie temperatur 338—345°C 480 g frakcji fenantrenowo-antracenowej, z której wydobywa się antracen w zakresie temperatur 345—350°C około 75 g międzyfrakcji i o

zawartości 2,9 karbazolu. Resztę stanowiła frakcja karbazolowa i pak.

W analogicznych warunkach i na tym samym urządzeniu wykonano rektyfikację 1500 g tego samego oleju antracenowego oraz 75 g to jest 5% wagowych w stosunku do wsadu międzyfrakcji z poprzedniej rektyfikacji. Otrzymano takie same produkty rektyfikacji z tą różnicą, że ilość właściwej frakcji fenantrenowo-antracenowej, zawierającej około 23% wagowych antracenu wynosiła 525 g, a około 10% wagowych więcej niż bez zawracania międzyfrakcji, a ilość międzyfrakcji ok. 105 g, którą zawrócono do kolejnej następnej destylacji oleju antracenowego.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób rektyfikacji oleju antracenowego z dodatkiem substancji ułatwiających rozdział karbazolu od antracenu **znamienny tym**, że jako substancje ułatwiające rozdział karbazolu od antracenu stosuje się substancje zawarte w oleju antracenowym w niewielkich ilościach, stanowiące międzyfrakcję o temperaturze wrzenia zawartej pomiędzy temperaturą wrzenia antracenu i karbazolu i wynoszącej 345—350°C.

