

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

C 10c 1/04

Nr 3447.

Kl. 12 r 1.

Rütgerswerke Aktiengesellschaft i Leopold Kahl
(Berlin, Niemcy).

**Sposób wytwarzania wysokoprocentowych lub czystych węglowodorów stałych
z dziegciów.**

Patent dodatkowy do patentu Nr 782.

Zgłoszono 4 grudnia 1923 r.

Udzielono 14 listopada 1925 r.

Pierwszeństwo: 11 września 1923 r. (Niemcy).

Najdłuższy czas trwania patentu do 10 października 1939 r.

Różne dziegcie, jak np. smoła gazowa, dziegieć drzewny lub łupkowy zawierają różne węglowodory stałe, których otrzymywanie w postaci czystej lub wysokoprocentowej posiada znaczną doniosłość w wielu gałęziach przemysłu. W tym celu posługiwano się dotychczas kosztownymi a częściowo niedoskonałymi sposobami, jak np. stopem potasowym do wytwarzania karbazolu albo stopami z amidem potasowym lub sodowym do izolacji fluorenu.

Wynalazek niniejszy stanowi rozwinięcie sposobu opisanego w patencie Nr 782 i ma za zadanie wytwarzanie zapomocą odpędzania z dziegciów węglowodorów stałych

wysokowrzących w stanie czystym lub wysokoprocentowym.

Według patentu Nr 782 maź surową poddaje się destylacji i otrzymane pary wprowadza bezpośrednio, bez uprzedniego skraplania, do energicznie pracującej kolumny, gdzie zachodzi frakcjonowanie. W myśl wynalazku niniejszego podział cząstkowy dokonywa się w ten sposób, że uzyskuje się frakcje, które zawierają wogóle poszczególne węglowodory stałe, a przynajmniej przeważającą ich część, a więc frakcję naftalinową o punkcie wrzenia 190 — 200°C, frakcję acenaftenową o punkcie wrzenia 240 — 280°C, fluorenową o

punkcie wrzenia 275 — 295°C, dalej frakcję fenantrenową o punkcie wrzenia 290 — 345°C i wreszcie frakcję antracenową o punktach wrzenia około 315° — 350°C.

Poszczególne te frakcje odciągają się oddzielnie i ochładzają do temperatury zwykłej lub niższej, wskutek czego węglowodory stale wydzielają się z olejów jako kryształy lub w t. p. postaciach. Węglowodory stale oddziela się od olejów mechanicznie, np. zapomocą odkraplania albo na wirówkach w sposób znany, i poddaje się dalszej obróbce według patentu głównego, odparowując je zwolna w retorcie destylacyjnej i poddając otrzymane pary frakcjonowaniu bez uprzedniego skraplania. Uskutecznia się to w ten sposób, że z pomienioną retortą łączy się bezpośrednio kolumnę deflegmacyjną, w której pary zwolna i stopniowo się skraplają, przyczem powstające pary przedzierają się przez wytwarzające się skropliny, a następnie zostają odprowadzone zpowrotem do retorty destylacyjnej.

Jeżeli frakcję naftalinową, otrzymaną według patentu zasadniczego, ogrzewać ustawicznie w retorcie destylacyjnej i poddać pary, wytworzone przy stopniowym nagrzewaniu do 210° — 215°C, możliwie dokładnej frakcjonizacji w kolumnie o wysokiej wydajności, to otrzymuje się przede wszystkim węglowodory płynne o punkcie wrzenia około 180° — 210° C tudzież węglowodór stały o punkcie topnienia 73,5° — 79°C. Węglowodór ten stanowi naftalinę, uzyskiwaną obecnie wyłącznie zapomocą wytlączania na gorąco naftaliny surowej w prasach sączkowych. Sposób niniejszy zapewnia obfitszą aniżeli odtłaczanie na gorąco wydajność naftaliny oczyszczonej z danej ilości frakcji naftalinowej.

Jeżeli z płynu frakcji surowca acenaftenowego oddzielić przez ochłodzenie do skrzepnięcia surowiec acenaftenowy, nagrzewać go zwolna w kolumnie destylacyj-

nej do 270° — 280°C i otrzymaną parę poddać bezpośredniemu frakcjonowaniu bez poprzedniego skraplania, to otrzymany acenafthen wykazuje czystość około 99%.

W podobny sposób wytwarza się z frakcji fluorenowej przy nagrzewaniu do 285° — 295°C i bezpośredniemu frakcjonowaniu par prawie czysty fluoren, podczas gdy pozostała frakcja przedstawia wysokoprocen-towy tlenek dwufenylu. Osiąga się w ten sposób prawie czysty fluoren, a w postaci frakcji drugiej wysokoprocen-towy tlenek dwufenylu.

Wykryształizowany i oddzielony węglowodór frakcji fenantrenowej wydaje przy odpędzaniu w temperaturze około 320° — 335°C i przy bezpośredniemu frakcjonowaniu fenantren o czystości około 90%, wolny zwłaszcza od antracenu i karbazolu. Można osiągnąć jeszcze czystszy fenantren przy staranniejszem frakcjonowaniu. Uzyskany fenantren można z łatwością uwolnić od domieszek zapomocą krystalizacji z węglowodoru.

Zapomocą obróbki antracenu, wydzielonego z frakcji antracenowej w drodze ochładzania i sposobami mechanicznymi w myśl wynalazku niniejszego, t. j. zapomocą wolnego nagrzewania antracenu w retortach destylacyjnych i bezpośredniego wprowadzenia par, bez uprzedniego ich skraplania, do kolumny frakcjonującej, otrzymuje się antracen bardzo czysty. Można go krystalizować z węglowodorów benzo-łowych albo z mieszaniny węglowodorów benzołowych z zasadami aromatycznymi, jak anilina i jej homologi albo pirydyna i jej homologi. Uzyskuje się wówczas antracen o czystości około 90% lub jeszcze wyższej. Frakcje dalsze, wytwarzające się obok antracenu surowego w postaci pozostałości destylacyjnych, można ponownie przepędzać według sposobu niniejszego, wprowadzając pary bezpośrednio bez skraplania do kolumny destylacyjnej i przedsięwzięc w niej frakcjonowanie. Uzyskuje

się wówczas frakcję fluoroantenową o punkcie topnienia około 70° do 80°C, a punkcie wrzenia 350° — 375°C, z której po ochłodzeniu wydziela się surowiec, zawierający 40% lub więcej fluorantenu.

W charakterze drugiej frakcji otrzymuje się frakcję pyrenową o punkcie wrzenia 380° — 410°C. Po ochłodzeniu wydziela się substancja, składająca się w 50% z pyrenu. Dla wydzielenia fluoroantenu i pyrenu z mieszaniny stałej mieszaninę tę można obrobić siarczkiem węgla, wskutek czego fluoroanten i pyren przechodzą do roztworu, z którego je można wydzielić.

Sam proces można prowadzić pod ciśnieniem zarówno zwykłym jak i zmniejszonym.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania według patentu Nr 782 wysokoprocentowych lub czy-

stych węglowodorów stałych z dziegciów, znamienny tem, że dziegiec surowe rozkłada się sposobem wskazanym w patencie Nr 782 na frakcje, zawierające przeważnie węglowodory stałe; węglowodory stałe doprowadza się w drodze ochładzania frakcyj do skrzepnięcia i oddziela mechanicznie od węglowodorów płynnych, poczem uzyskane węglowodory stałe przepędza się powtórnie według patentu Nr 782, poddając pary, uchodzące z retorty destylacyjnej, bezpośrednio energicznej frakcjonizacji, za pomocą wprowadzania ich do wydajnej kolumny deflegmacyjnej, przyczem strumień zwrotny z kolumny odprowadza się zpowrotem do retorty destylacyjnej.

Rütgerswerke A. G.

L. Kahl.

Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.