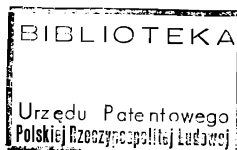


Opublikowano dnia 30 września 1954 r.

C07c 7/02



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 36404

Kl. 12 o, 1/04

Instytut Chemii Ogólnej*)

(Warszawa, Polska)

Sposób rozdzielania mieszaniny antracenu i karbazolu

Udzielono patentu z mocą od dnia 6 grudnia 1952 r.

Znane są dwie grupy metod rozdzielania mieszaniny antracenu i karbazolu: pierwsza oparta na krystalizacji lub selektywnej ekstrakcji rozpuszczalnikami, np. pirydyną, druga — na przeprowadzaniu karbazolu w karbazolan działaniem alkaliów.

Sposób według wynalazku należy do drugiej grupy metod.

W drugiej grupie metod wysoka temperatura reakcji wynosząca 230 — 240° C sprzyjała częściowej pyrolizie i tworzeniu się produktów smolistych. Poza tym trudności związane z usuwaniem tworzącej się w czasie reakcji wody, sprzyjały hydrolizie karbazolanu. W celu obniżenia temperatury reakcji, Clark (Ind. Eng. Chem. 11, 204—209, 1919) zastosował mieszaninę eutektyczną wodorotlenków sodu i potasu topiącą się w temperaturze 185° C zamiast zwykle stosowanego wodorotlenku potasu. Najlepszy dotychczas

sposób odwadniania podał Rodman (patent Stanów Zjednoczonych Ameryki nr 2419 969), który mieszaninę antracenu i karbazolu ogrzewał z wodorotlenkiem potasu do temperatury 235° C, po czym w celu heteroazeotropowego odwodnienia dodawał rozpuszczalników wrzących w temperaturze 80—145° C.

Sposób według wynalazku przez stapianie mieszaniny antracenu i karbazolu z eutektyczną mieszaniną wodorotlenków sodu i potasu polega na zastosowaniu frakcji ropy naftowej wrzącej w temperaturze 190—210° C do heteroazeotropowego odwadniania mieszaniny.

W temperaturze reakcji destylują tylko heteroazeotropy węglowodorów z wodą podczas gdy pozostała część węglowodorów jest rozpuszczalnikiem antracenu i karbazolu. Powstaje układ jednofazowy, w którym odwadnianie zachodzi w całej masie, co jest najistotniejsze w sposobie według wynalazku.

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

Przykłąd. Do kilogramowej próbki 70% karbazolu otrzymanego przez ekstrakcję surowego

antracenu pirydyną, umieszczonej w żelaznej kolbie dodaje się 600 g mieszaniny eutektycznej wodorotlenków sodu i potasu i ogrzewa na łaźni olejowej do temperatury 200°C . Po nałożeniu na kolbę krótkiej kolumny dodaje się frakcję ropy naftowej wrzącą w temperaturze $190\text{--}210^{\circ}\text{C}$ i oddestylowuje wodne heteroazeotropy. Następnie oddestylowuje się resztę dodanej frakcji. Karbazolany odmywa się gorącym benzenem od reszty rozpuszczalnych składników i hydrolizuje gorącą wodą.

Otrzymuje się 690 g produktu zawierającego ponad 99% karbazolu, o temperaturze topnienia $244,8^{\circ}\text{C}$. Wydajność procesu 96—98%.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób rozdzielania mieszaniny antracenu i karbazolu polegający na stapianiu mieszaniny z mieszaniną eutektyczną wodorotlenków sodu i potasu, dodawaniu rozpuszczalnika i heteroazeotropowym odwodnianiu, znamienny tym, że jako rozpuszczalnik stosuje się frakcję ropy naftowej wrzącą w temperaturze $190\text{--}210^{\circ}\text{C}$.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że w postaci wodnych heteroazeotropów oddestylowuje się tylko część dodanej frakcji ropy naftowej.

Instytut Chemii Ogólnej
Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych