



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

Nr 37085

Kl. 12 p, 2

Instytut Chemii Ogólnej *)

Warszawa, Polska

Sposób wyodrębniania karbazolu z mieszaniny węglowodorów

Udzielono patentu z mocą od dnia 23 lipca 1953 r.

Wiadomo, że karbazol można wyodrębnić przez przeprowadzenie go w karbazolan potasu. Zwykle proces ten prowadzi się przez stapianie produktu zawierającego karbazol — samego, lub rozpuszczonego w temperaturze około 300°C w odpowiednim rozpuszczalniku z wodorotlenkiem potasu — z odwadnianiem, lub bez odwadniania mieszaniny reakcyjnej. Procesy te przebiegają zwykle w układzie dwufazowym ciekłym, przez co nie ma możliwości zetknięcia się wszystkich cząstek reagujących, co z kolei jest przyczyną małej wydajności wszystkich tych procesów.

Sposób stanowiący przedmiot wynalazku polega na wyodrębnianiu karbazolu z mieszaniny węglowodorów przez przeprowadzenie go w karbazolan potasu w układzie jednofazowym, w środowisku bezwodnego fenolanu potasowego.

Do stopionego fenolanu wprowadza się związek zawierający karbazol, np. karbazol o niskim stopniu czystości, lub też odpowiednią frakcję

smoły węglowej zawierającą karbazol oraz wodorotlenek potasu. Zamiast wodorotlenku potasu można z korzyścią stosować mieszaninę wodorotlenku potasu z wodorotlenkiem sodowym, np. w stosunku molowym 2:1. Reakcja przebiega szybko w temperaturze około 240°C i z bardzo dużą wydajnością. Mieszaninę reakcyjną odwadnia się azeotropowo z solwentem naftą, naftą lub innym olejem obojętnym. Z bezwodnej masy reakcyjnej usuwa się lotne węglowodory przez oddestylowanie ich pod ciśnieniem normalnym lub zmniejszonym lub też przez ekstrakcję na gorąco tym samym rozpuszczalnikiem, którym dany układ był odwadniany. Najlepsze wyniki otrzymuje się jednak przy użyciu sposobu polegającego na wkraplaniu jednego z wyżej wymienionych olejków do stopionej i mieszanej masy reakcyjnej przy jednoczesnym wpuszczaniu strumienia gazu obojętnego np. azotu. Olej porywa węglowodory i wydestylowuje razem z nimi. Węglowodory, np. antracen, w tym procesie zwanym destylacją z parą rozpuszczalnika, ulegają dużemu oczyszczeniu. Po oziębieniu rozpuszczal-

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcami wynalazku są Wojciech Świętosławski i Janina Górznińska.

nika wypadają z niego śnieżnobiałe, dobrze wykształcone kryształy antracenu o wysokiej czystości. Mieszankę soli hydrolizuje się działaniem wody, pary wodnej, lub fenoli, odsącza karbazol i oczyszcza przez sublimację pod zmniejszonym ciśnieniem. W wyniku tych operacji uzyskuje się śnieżno biały karbazol około 98% czystości z wydajnością powyżej 96%. Jeszcze lepsze wyniki można osiągnąć, wkraplając olej łącznie z przepuszczaniem obojętnego gazu, np. azotu.

Przykład I. Wzięto 2 mole bezwodnego fenolanu potasowego i $1/2$ mola karbazolu technicznego oraz 1,5 mola wodorotlenku potasu. Ogrzewano razem w kolbie z chłodnicą zwrotną do 238°C w ciągu jednej godziny, po czym wkraplano naftę, odwadniając układ. Węglowodory usunięto z kolby przez ekstrakcję na gorąco solwent naftą. Karbazol regenerowano z jego soli za pomocą hydrolizy gorącą wodą, wysuszenia i przesublimowania. Uzyskano karbazol o czystości 98% z wydajnością 95%-wą.

Przykład II. Surowy antracen zmieszano w kolbie reakcyjnej z fenolanem potasu i granulami wodorotlenku potasu. Ogrzewano do temperatury stopienia masy reakcyjnej, to jest do 230°C, następnie odwodniono azotropowo z naftą o temperaturze wrzenia 220—240°C.

Po przereagowaniu w kolbie znajduje się karbazola potasu, fenolan potasu, nadmiar wodorotlenku oraz liczne węglowodory z antracenenem i fenatrenem na czele. Usuwanie węglowodorów z kolby prowadzono kilkoma sposobami:

1. Ekstrachowano je na gorąco naftą lub solwent naftą.
2. Usunięto je przez bezpośrednie oddestylowanie.
3. Wkraplano zimny rozpuszczalnik do stopionej i dobrze mieszanej masy reakcyjnej. Rozpuszczalnik gwałtownie zamieniał się na parę i destylował razem z porwanymi węglowodarami. (Destylacja z parami selektywnego rozpuszczalnika).

Wszystkie te sposoby pozwalały równie dobrze usunąć węglowodory, ale wydajność procesu i czystość wydzielanego produktu antracenowego była każdorazowo inna. Wydobyty produkt antracenowy poddano każdorazowo dwukrotnej krystalizacji z krezolu. Pozostałość w kolbie poddano działaniu wody w celu zhydrolizo-

wania karbazolanu, po czym karbazol odsączono i poddano sublimacji oraz krystalizacji z krezolu. Uzyskano następujące wyniki:

	Karbazol		Antracen	
	wydaj-ność	czy-stość	wydaj-ność	czy-stość
I sposób	6,8%	97%	32%	78%
II sposób	10%	55%	19%	91%
III sposób	6,6%	97%	29%	98%

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wyodrębnienia karbazolu z mieszaniny węglowodorów przez stapianie z wodorotlenkiem potasu, znamienny tym, że stapianie z wodorotlenkiem potasu przeprowadza się w środowisku fenolanu potasowego i odwadnia mieszaninę azotropowo z obojętnym rozpuszczalnikiem, np. olejem, następnie usuwa się z masy reakcyjnej lotne węglowodory jednym ze znanych sposobów i z otrzymanego produktu wydziela karbazol.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że zamiast usuwania węglowodorów z masy reakcyjnej sposobem znanym, wkrapla się do roztopionej i dobrze mieszanej masy reakcyjnej zimny rozpuszczalnik obojętny, np. olej szeregu parafinowego, lub solwent naftę, po czym wydestylowuje się go razem z porwanymi węglowodarami, oziębia, odsącza kryształy i oczyszcza je znanymi sposobami, np. przez krystalizację z krezolu.
3. Sposób według zastrz. 1—4, znamienny tym, że łącznie z wkraplanym olejem wpuszcza się strumień obojętnego gazu, np. azotu.
4. Sposób według zastrz. 1—3, znamienny tym, że zamiast wodorotlenku potasu stosuje się mieszaninę wodorotlenku potasu i wodorotlenku sodu w stosunku molowym 2:1.
5. Sposób według zastrz. 1—4, znamienny tym, że jako surowiec stosuje się karbazol o niskim stopniu czystości.
6. Sposób według zastrz. 1—4, znamienny tym, że jako surowiec stosuje się odpowiednią frakcję antracenową smoły węglowej.

Instytut Chemii Ogólnej

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych