

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY 131 664

Patent dodatkowy
do patentu 125 053

Zgłoszono: 80 09 06 /P. 226615/

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 82 03 15

Opis patentowy opublikowano: 1987 03 31

CZYTELNIA

Patentowego

Int. Cl.³ C07C 15/28
C07C 7/10

Twórcy wynalazku:

Jerzy Polaczek, Teresa Tęcza, Zygmunt Lisicki,
Alicja Szeń, Małgorzata Jemróz, Józef Bogucki,
Mieczysław Drzazga, Bolesław Nowicki

Uprawniony z patentu:

Instytut Chemii Przemysłowej, Warszawa /Polska/

SPOSÓB OCZYSZCZANIA ANTRACENU

Przedmiotem wynalazku jest sposób oczyszczania antracenu przez ekstrakcję rozpuszczalnikową substancji towarzyszących antracenowi w produktach technicznych, stanowiący ulepszenie sposobu według polskiego opisu patentowego nr 125 053.

Znany z polskiego opisu patentowego nr 125 053 sposób oczyszczania antracenu polega na tym, że antracen surowy poddaje się ekstrakcji rozpuszczalnikowej stosując jako rozpuszczalnik N-metylopirolidon w ilości 50-200% wagowych w przeliczeniu na oczyszczany antracen. Ekstrakcję prowadzi się w temperaturze 10-60°C, a oczyszczony antracen oddziela się przez filtrację lub w inny znany sposób. Ekstrakcję można prowadzić dwustopniowo, przy czym pierwszy stopień ekstrakcji prowadzi się w temperaturze 10-30°C stosując 50-150% wagowych N-metylopirolidonu w przeliczeniu na antracen surowy, a drugi stopień w temperaturze 40-60°C stosując N-metylopirolidon w ilości 100-200% wagowych w przeliczeniu na antracen wzbogacony jako produkt pośredni. Sposób ten znacznie uprościł wytwarzanie antracenu o czystości co najmniej 95% wagowych w jedno lub dwustopniowej operacji. W procesie takim nieuniknione były jednakże straty antracenu, wynikające ze zbyt wysokiej zdolności N-metylopirolidonu do rozpuszczania antracenu.

Celem wynalazku jest ulepszenie metody ekstrakcyjnego oczyszczania antracenu przy użyciu N-metylopirolidonu, polegające na zwiększeniu wydobycia antracenu i zmniejszeniu zużycia N-metylopirolidonu.

Nieoczekiwanie stwierdzono, że cel ten uzyskuje się jeżeli w procesie oczyszczania antracenu na drodze dwustopniowej ekstrakcji prowadzoną według metody przedstawionej w polskim opisie patentowym nr 125 053, w pierwszym stopniu ekstrakcji jako rozpuszczalnik zastosuje się N-metylopirolidon zawierający od 0,5 do 40% wagowych karbazolu.

W wyniku zastosowania metody oczyszczania antracenu surowego według wynalazku otrzymuje się produkt o zawartości powyżej 95% wagowych antracenu z wydajnością przekraczającą 90%.

Obecność karbazolu w stosowanym jako rozpuszczalniku N-metylopirolidonie poprawia znacznie selektywność procesu ekstrakcji przez zmniejszenie rozpuszczalności antracenu w ekstrakcie, dzięki czemu uzyskuje się wzrost wydajności antracenu powyżej 90%, wysoki stopień oczyszczania antracenu przy zmniejszonej ilości rozpuszczalnika N-metylopirolidonowego oraz wysokie stężenie substancji rozpuszczonych w ekstrakcie, a tym samym wyższy uzysk osadu z jednostki objętości ekstraktora.

W sposób według wynalazku antracen surowy o zawartości 20-50% wagowych czystego antracenu miesza się intensywnie przez 1-3 godzin w temperaturze 10-30°C z N-metylopirolidonom zawierającym od 0,5 do 40% wagowych karbazolu i uzyskuje rozpuszczenie przeważającej ilości fenantrenu i fluorenu zawartych w wyjściowym surowcu. Ilość ekstrahenta wynosi od 50 do 150% wagowych w przeliczeniu na antracen surowy. Nierozpuszczony osad oddziela się od ekstraktu przez wirowanie, filtrowanie lub w inny znany sposób. Osad ten poddaje się II stopniowi ekstrakcji przez mieszanie w czasie 1 do 3 godzin w temperaturze 40 do 60°C z czystym N-metylopirolidonom użytym w ilości 100 do 200% wagowych w przeliczeniu na antracen wzbogacony. W warunkach tych N-metylopirolidon rozpuszcza pozostałe resztki fenantrenu w osadzie antracenu, a z karbazolem tworzy ciekły kompleks międzycząsteczkowy pozostający w roztworze. Oczyszczony antracen zostaje w formie drobnoziarnistego ciała stałego zawieszzonego w ekstrakcie. Antracen ten oddziela się od ciekłego ekstraktu przez filtrowanie, wirowanie lub w inny znany sposób, a następnie przemyma wodą lub metanolem dla usunięcia resztek N-metylopirolidonu i suszy. Ekstrakt N-metylopirolidonowy z I stopnia ekstrakcji zadaje się wodą w ilości 20 do 100% wagowych w przeliczeniu na ekstrakt lub też poddaje destylacji próżniowej. Wydzieloną z ekstraktu substancję rozpuszczoną zawierającą głównie fenantren, fluoren i karbazol przerabia się oddzielnie, a N-metylopirolidon po odwodnieniu zawraca się do II stopnia ekstrakcji. Ekstrakt z II stopnia ekstrakcji wprowadza się w całości do I stopnia ekstrakcji antracenu surowego.

P r z y k ł a d I. Do 100 g N-metylopirolidonu dodaje się 7,5 g karbazolu o czystości 94% i miesza w temperaturze 50-55°C przez 15 minut. Następnie do uzyskanego brunatnego roztworu wprowadza się 100 g antracenu surowego o zawartości 40% wagowych antracenu, 38% wagowych fenantrenu oraz 15% wagowych karbazolu i miesza intensywnie przez 3 godziny w temperaturze 45-50°C. Nierozpuszczony drobnokrystaliczny osad odcępa się i przemyma gorącą wodą, uzyskując 36,9 g wzbogaconego antracenu o czystości 91,4%. Osad ten poddaje się drugiemu stopniowi ekstrakcji przez mieszanie z 80 g N-metylopirolidonu w temperaturze 40°C w czasie 1 godziny. Wodę po drugim stopniu ekstrakcji odcępa się na termostатовanym w temperaturze 40°C lejku próżniowym, przemyma 50 cm³ podgrzanej do 80°C wody destylowanej celem odmycia N-metylopirolidonu i suszy się do stałej wagi. Otrzymano 37,8 g antracenu oczyszczonego o zawartości 97% wagowych antracenu, 2% wagowych fenantrenu i 1% wagowy karbazolu, oznaczonych według analizy chromatograficznej. Przesącz z ekstrakcji na zimno zadaje się 50 cm³ wody z przemycia osadu antracenu oczyszczonego i otrzymuje 60 g frakcji fenantrenowo-karbazolowej o zawartości 3,5% wagowych, antracenu, 59% wagowych fenantrenu, 12% wagowych fluorenu i 23,2% wagowych karbazolu i 125 g wodnego roztworu N-metylopirolidonu, który kieruje się do regeneracji. Przesącz N-metylopirolidonowy z drugiego stopnia ekstrakcji zawraca się w ilości 100 g do pierwszego stopnia ekstrakcji antracenu surowego. Sumaryczna wydajność procesu ekstrakcji wynosi 91% wagowych.

P r z y k ł a d II. 100 g antracenu surowego o składzie podanym w przykładzie I miesza się w temperaturze 25°C przez 2 godziny ze 100 g roztworu karbazolu w N-metylopirolidonie, stanowiącego ekstrakt N-metylopirolidonowy z II stopnia ekstrakcji prowadzonej jak w przykładzie I. Uzyskany produkt poddaje się dalszemu oczyszczaniu jak w przykładzie I, natomiast filtrat poddaje próżniowej destylacji pod próżnią 67 hPa, uzyskując mieszaninę fenantrenu i karbazolu jako pozostałość destylacyjną. Wydajność dwustopniowego procesu wynosi 90,5% wagowych antracenu o czystości 96,2% wagowych.

P r z y k ł a d III. Do 100 g antracenu surowego o składzie jak w przykładzie I dodaje się ekstraktu z drugiego stopnia ekstrakcji antracenu jak w przykładzie I i 50 g N-metylopirolidonu i miesza w temperaturze 25°C w czasie 2 godzin. Osad odcęca się na lejku próżniowym i poddaje drugiemu stopniowi ekstrakcji przez mieszanie z 50 g N-metylopirolidonu w temperaturze 45°C w czasie 2 godzin. Osad oddziela się od ekstraktu N-metylopirolidonowego na ogrzewanym lejku próżniowym. Osad odmywa się od N-metylopirolidonu 60 cm³ gorącej wody destylowanej i suszy do stałej wagi. Otrzymano 38 g antracenu oczyszczonego o zawartości 96,3% wagowych antracenu oznaczonego chromatograficznie. Sumaryczna wydajność I i II stopnia ekstrakcji wynosi 91% wagowych. Przesącz z I stopnia ekstrakcji przerabia się tak, jak podano w przykładzie I, uzyskując frakcję fenantrenową w ilości 59,9 g o zawartości 5,7% wagowych antracenu, 59% wagowych fenantrenu, 25% wagowych karbazolu i 140 g wodnego roztworu N-metylopirolidonowego. Przesącz z drugiego stopnia ekstrakcji zawiera się do ługowania antracenu surowego w sposób przedstawiony w przykładzie I.

Z a s t r z e ż e n i a p a t e n t o w e

1. Sposób oczyszczania antracenu przez ekstrakcję rozpuszczalnikową substancji towarzyszących antracenowi w produktach technicznych przez poddanie antracenu surowego o zawartości 20-50% wagowych czystego antracenu dwustopniowej ekstrakcji 50-200% wagowych N-metylopirolidonu w przeliczeniu na antracen surowy, w temperaturze 10-60°C, przy czym korzystnie pierwszy stopień ekstrakcji prowadzi się w temperaturze 10-30°C stosując jako rozpuszczalnik 50-150% wagowych N-metylopirolidonu w przeliczeniu na antracen surowy, a drugi stopień ekstrakcji prowadzi się w temperaturze 40-60°C stosując N-metylopirolidon w ilości 100-200% wagowych w przeliczeniu na antracen wzbogacony, po czym oczyszczoną fazę stałą antracenu oddziela się przez filtrację, wirowanie lub w inny znany sposób według patentu nr 125 053, z n a m i e n n y t y m, że w pierwszym stopniu ekstrakcji jako rozpuszczalnik stosuje się N-metylopirolidon zawierający 0,5-40% wagowych karbazolu.

2. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że jako N-metylopirolidon zawierający karbazol stosuje się ekstrakt N-metylopirolidonowy z drugiego stopnia ekstrakcji.