



УКРАЇНА

(19) UA (11) 15804 (13) C1

(51) C 07 D 209/06

ДЕРЖАВНЕ
ПАТЕНТНЕ
ВІДОМСТВООПИС ДО ПАТЕНТУ
НА ВІНАХІД

(54) СПОСІБ ВИДІЛЕННЯ ІНДОЛУ З ФРАКЦІЙ КАМ'ЯНОВУГІЛЬНОЇ СМОЛИ

1

(21) 93007213
(22) 28.06.93
(24) 30.06.97
(31) 5056455
(32) 27.07.92
(33) RU
(46) 30.06.97. Бюл. № 3
(56) Авторское свидетельство СССР
№ 598889, кл. C 07 D 209/06, опубл. 1978.
(72) Гуржій Микола Іванович, Нардеков Ва-
сильїй Васильович, Бегов Іжрас Фарманович,
Гиржев Анатолій Леонідович, Гиржева Гали-
на Дмитрівна, Терентьев Володимир Хар-

2

лампійович, Кузнецова Лариса Семенівна,
Рудкевич Мар'ян Іванович
(73) Фенольний завод (UA)
(57) Способ выделения индола из фракций
каменноугольной смолы путем экстракции с
помощью полярного растворителя, о т л и -
ч а ю щ и й с я тем, что в качестве полярного
растворителя используют 55-60% водный
раствор этилендиамина и процесс ведут при
весовом соотношении фракция каменноу-
гольной смолы : полярный растворитель рав-
ном 1:(1-1.5) и температуре 15-28°C.

Данное изобретение относится к спосо-
дам выделения индола высокой степени чи-
стоты из фракций каменноугольной смолы и
может найти применение в коксохимиче-
ской промышленности.

Известен способ выделения индола из
фракций каменноугольной смолы путем экс-
тракции с помощью смеси полярного рас-
творителя моноэтаноламина или
2-пирролидона, или диметилсульфоксида и
неполярного углеводородного растворите-
ля, например, гептана при весовом соотно-
шении техническая смесь : полярный
растворитель: неполярный углеводородный
растворитель 1:1-10:1-10, температуре 50°C
и атмосферном давлении.

При этом выделяют индол чистый 99,5
вес.%. Выход индола от потенциала состав-
ляет 98,2%.

Основным недостатком указанного спо-
соба является сложность осуществления
процесса, обусловленная необходимостью
использовать два растворителя, проводить

процессы экстракции, регенерации поляр-
ного растворителя при повышенных темпе-
ратурах.

Задачей, решаемой предлагаемым спо-
собом, является упрощение процесса полу-
чения индола высокой степени чистоты.

Поставленная задача решается тем, что
в способе выделения индола из фракций ка-
менноугольной смолы путем экстракции с
помощью полярного растворителя в качест-
ве последнего используют 55-60%-ный вод-
ный раствор этилендиамина, а процесс
ведут при весовом соотношении фракция ка-
менноугольной смолы : полярный раствори-
тель, равном 1:(1-0,5) и температуре 15-28°C.

Отличительные признаки способа обес-
печивают высокую селективность извлече-
ния индола, получение целевого продукта
высокой степени чистоты с использованием
одного растворителя при более низких тем-
пературах как на стадии экстракции, так и
при регенерации растворителя

(19) UA (11) 15804 (13) C1

Кроме того, предлагаемый полярный растворитель менее токсичен (относится к третьему классу токсичности по ГОСТ 12.1.007-76). Следовательно, предлагаемый способ не только проще в осуществлении, но и более экологически чистый.

Сущность способа заключается в следующем.

Индольную фракцию каменноугольной смолы (обеспиридиненную и обесфеноленную), выкипающую в интервале температур 225-245°C, состава, мас. %:

Нафталин	0,95
β -метилнафталин	17,79
α -метилнафталин	12,93
Диметилнафталин	14,29
Дифенил	25,00
Аценафтен	13,30
Дифенилдиоксид	1,30
Индол	11,93
Хинолиновые основания	0,1
Фенолы	0,05
Неидентифицированные соединения	23,6

смешивают с 55-60%-ным водным раствором полярного растворителя этилендиамина (ТУ 6-02-622-86 Е с приложением № 1) в соотношении 1:(1-1,5), и при температуре 15-28°C и атмосферном давлении производят экстракцию индола.

Верхний слой представляет собой экстракт индола в этилендиаминах, нижний - каменноугольные фракции после извлечения из них индола на данной ступени.

В нижний слой вводят свежий растворитель в указанном соотношении и аналогично проводят пять ступеней экстракции. Слои разделяют. Индольный экстракт всех ступеней сливают вместе и загружают в куб, снабженный одношариковым дефлегматором и водяным холодильником, где отгоняют экстрагент при температуре 117°C. Отгон используется для последующих операций экстракции. Донный остаток представляет собой концентрат индола, который промывают, разбавляя водой, с целью удаления остатков этилендиамина. Полученный концентрат после промывки ректифицируют известным способом (Кокс и химия, № 5, 1981, с. 40). При этом выделяют индол с высокой степенью чистоты и выходом от ресурсов индола в индольной фракции.

Способ осуществляли в лабораторных условиях Дзержинского фенольного завода.

Пример 1. К 1000 г фракции каменноугольной смолы указанного состава добавляли в соотношении 1:1 на одну ступень полярный растворитель этилендиамин раз-

ной концентрации. Содержимое перемешивали в круглодонной колбе. Температура экстракции поддерживалась равной 22°C. Процесс экстракции осуществляли в пять ступеней.

Были проведены эксперименты по обоснованию правомерности выбора диапазона изменения концентрации водного раствора этилендиамина. Полученные данные приведены в табл. 1.

Как следует из полученных данных, изменение концентрации раствора этилендиамина ниже 55% приводит к снижению степени извлечения индола, очевидно из-за того, что увеличение содержания воды в этилендиаминах снижает растворимость индола в растворителе. Повышение концентрации раствора этилендиамина выше 60% при высокой степени извлечения индола приводит к снижению селективности и экономически не оправдано.

Пример 2. Были проведены эксперименты по обоснованию правомерности выбора диапазона изменения весового соотношения фракция каменноугольной смолы : полярный растворитель.

Полученные результаты приведены в табл. 2.

Растворитель с содержанием этилендиамина 56,3%, температура экстракции 22°C. Процесс осуществляли в пять ступеней.

Как следует из полученных данных, при соотношении фракция : растворитель меньшем, чем 1:1,0 уменьшаются как степень чистоты выделяемого продукта, так и степень его извлечения из-за недостаточности взятого для экстракции растворителя. Увеличение соотношения приводит к тому, что система эмульгирует.

Пример 3. Проведены эксперименты по обоснованию правомерности выбора диапазона изменения температуры экстракции.

Полученные результаты представлены в табл. 3.

Как следует из полученных данных, уменьшение температуры процесса приводит к снижению как качества, так и выхода индола, увеличение температуры приводит к снижению выхода с одновременным повышением содержания паров растворителя.

Использовали растворитель с содержанием этилендиамина 56,3% при соотношении фракция каменноугольной смолы : растворитель на одну ступень, равном 1:1. Процесс осуществляли в пять ступеней.

В табл. 4 приведены сопоставительные данные предлагаемого и известного по про-

тотипу способов выделения индола из фракций каменноугольной смолы.

Как следует из сопоставительных данных, предлагаемый способ для своего осуществления требует применения только одного растворителя, осуществляется при более низкой температуре, для регенерации растворителя нужна тоже более низкая тем-

5

10

пература, то есть его проще и дешевле с точки зрения энергозатрат можно осуществить при получении продукта близкой степени чистоты и при практически том же выходе от ресурса во фракции. (Получаемый индол соответствует ТУ 14-6-139-77 с изменением № 1). Кроме того, поскольку применяемый растворитель менее токсичен, то предлагаемый способ более экологически чистый.

Т а б л и ц а 1

Обоснование правомерности выбора диапазона изменения концентрации водного раствора этилендиамина

Содержание этилендиамина в водном растворе, мас. %	Содержание индола в концентрате, мас. %	Степень извлечения индола, %
50	99,0	95,0
55	99,0	96,0
56,3	99,5	98,2
60	98,0	98,0
65	98,0	98,0

Т а б л и ц а 2

Обоснование правомерности выбора диапазона изменения соотношения индольной фракции и растворителя

Соотношение индольная фракция:растворитель на одну ступень	Содержание индола в концентрате, мас. %	Степень извлечения индола, %
1:0,4	96,5	49,0
1:0,5	97,0	57,0
1:1	99,5	98,2
1:1,5	99,2	98,0
1:1,6*	98,0	98,0

* При данном соотношении система эмульгирует.

Т а б л и ц а 3

Обоснование правомерности выбора диапазона изменения температуры экстракции

Температура экстракции, °С	Содержание индола в концентрате, мас. %	Степень извлечения индола, %
14	90,0	91,57
15	97,5	96,2
20	98,0	97,0
22	99,5	98,2

Продолжение табл.3

Температура экстракции, °С	Содержание индола в концентрате, мас. %	Степень извлечения индола, %
25	99,5	98,2
28	99,5	98,2
30*	99,5	95,0

* При более высоких температурах повышается содержание паров растворителя

Т а б л и ц а 4

Характеристика параметров процесса, растворителей и полученного продукта	Способы	
	Известный по а.с. № 598889	Предлагаемый
Температура процесса экстракции, °С	50	15-28
Температура регенерации растворителя, °С	170	117
Количество используемых растворителей	2	1
Класс токсичности применяемых растворителей по ГОСТ 12.1.007-76	2	3
Количество установок для регенерации растворителей	2	1
Содержание индола в концентрате, мас. % (степень частоты)	97,5-99,5	96-98,2
Степень извлечения индола, % (выход от ресурса)	97-99,5	96-98,0

Упорядник

Техред М.Моргентал

Коректор М Самборська

Замовлення 4202

Тираж

Підписне

Державне патентне відомство України,
254655, ГСП, Київ-53, Львівська пл., 8

Відкрите акціонерне товариство "Патент", м. Ужгород, вул Гагаріна, 101