

ВЫДЕЛЕНИЕ КАРБАЗОЛА ИЗ СЫРОГО АНТРАЦЕНА С ПОМОЩЬЮ ПАРАФОРМАЛЬДЕГИДА

В. П. ЛОПАТИНСКИЙ, Е. Е. СИРОТКИНА¹⁾

(Представлено профессором доктором химических наук Л. П. Кулевым)

В предыдущих исследованиях [1—7] было установлено, что карбазол в отличие от других компонентов сырого антрацена вступает во взаимодействие с формальдегидом, давая 9-оксиметилкарбазол, который легко может быть отделен от антрацена благодаря своей хорошей растворимости в органических растворителях. При кипячении с водными растворами щелочей 9-оксиметилкарбазол нацело разлагается с регенерацией карбазола. Этот метод может с успехом применяться лишь при условии предварительного обогащения сырого антрацена, при котором из него удаляются фенантрен и маслянистые примеси, так же хорошо растворимые в ароматических углеводородах как и 9-оксиметилкарбазол. Реакция карбазола с формальдегидом приводит к лучшим результатам, если проводить ее в спиртовой среде в присутствии едких или углекислых щелочей. Недостатком формальдегидного способа является значительный расход растворителя (спирта) и необходимость применения больших избытков формальдегида (10 молей на моль карбазола).

В данной работе найдено, что хорошие результаты по выделению карбазола из сырого антрацена могут быть получены при использовании в качестве реагента параформальдегида (вместо водного раствора формальдегида) в этаноле с катализатором—гидратом окиси кальция. Результаты некоторых опытов приведены в табл. 1.

В работе использовался сырой антрацен Кемеровского коксохимического завода, содержащий, по нашим анализам, 35% карбазола. Для выделения карбазола сырой антрацен предварительно освобождался от фенантрена и масел обычной промывкой ароматическими растворителями [6, 7], а затем обогащенный антрацен подвергался обработке параформальдегидом в спиртовой среде. Реакция проводилась при температуре 80°C в течение 40 минут в присутствии $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (5% от веса карбазола). Лучшие выходы продукта реакции получались при использовании на моль карбазола двух молей формальдегида в виде параформальдегида и 8,5 молей этанола. Полученный раствор 9-оксиметилкарбазола освобождался от осадка антрацена, фильтрат кипятился 30 минут с водным раствором аммиака, в результате чего из 9-оксиметилкарбазола регенерируется карбазол. Выделенный таким путем карбазол имеет

¹⁾ В экспериментальной части работы принимали участие В. Г. Мельникова и И. Б. Ахметзянова.

Таблица 1

Результаты некоторых опытов по выделению карбазола из сырого антрацена с помощью параформальдегида

№ п/п	Навеска обогащенного антрацена, г	Колич. кар- базола в на- веске в % от веса обо- гащ. антра- цена	Тем- пера- тура реак- ции, °С	Продол- житель- ность реакции, мин.	Количества				Выход кар- базола в % от содерж. в обогащ. антраcene	Со- держ. в нем карба- зола, %	Темпе- ратура плавле- ния, °С	Карбазол после пе- рекристаллизации	
					Ca(OH) ₂ , % от ве- са кар- базола	HCOH в г на моль карбазо- ла	парафор- мальдегида в г на моль карбазола	C ₂ H ₅ OH в молях на моль кар- базола				содерж. карбазо- ла, %	темпера- тура плавле- ния, °С
1	50	56	80	45	10	300	—	17	90,2	91	236	97	240
2	50	56	80	45	5	300	—	17	95,1	90	236	96	239
3	50	63	65	45	10	300	—	17	90,0	87	235	95	238
4	50	63	65	50	5	300	—	17	80,7	90	236	97	240
5	200	60	80	40	5	—	60	8,5	85,3	95,9	237	98,8	242
6	200	60	80	40	5	—	60	8,5	86,6	90,4	237	98,7	242
7	940	60	80	40	5	—	60	8,5	89,3	93,3	237	98,7	242
8	1000	60	80	40	5	—	60	8,5	86,4	93,7	238	98,8	243

т. пл. 237—238°C и содержит 93—96% карбазола (по азоту, определенному методом Кьельдаля [8]). Выход карбазола составляет 86—90% от содержания его в обогащенном антрацене. Однократная перекристаллизация из хлорбензола повышает содержание карбазола до 98,7%, а температуру его плавления до 242—243°C.

Таким образом, применение параформальдегида вместо формалина приводит к тем же результатам в отношении качества выделенного карбазола и имеет то преимущество, что позволяет сократить расход растворителя в 2 раза, а формальдегида — в 5 раз.

Выводы

1. Исследовано выделение карбазола из сырого антрацена Кемеровского коксохимического завода с помощью параформальдегида.

2. Найдено, что при замене формалина параформальдегидом может быть сокращен расход растворителя в 2 раза и формальдегида—в 5 раз.

ЛИТЕРАТУРА

1. M. Lange, Герм. пат. 256757; Friedländer, **11**, 176, 1915.
2. I. Michael, Герм. пат. 386597; Friedländer, **14**, 544, 1926.
3. Б. В. Максоров, ЖХП, **6**, 41, 1929
4. М. А. Ильинский, Р. Б. Рошаль ДАН СССР, **17**, 117, 1937.
5. S. Yuga, R. Oda, С. А. **35**, 4019, 1941.
6. Л. П. Кулев, В. П. Лопатинский. Рефераты докладов на VIII Менделеевском съезде, секция химии и хим. технологии топлива, 105, 1959.
7. Л. П. Кулев, В. П. Лопатинский. Известия Томского политехнического института, 102, 1959.
8. Л. Д. Глузман, И. И. Эдельман, Лабораторный контроль коксохимического производства, Металлургиздат, X., 1957.