



# [12] 发明专利申请公开说明书

[21]申请号 94116941.3

[51]Int.Cl<sup>6</sup>

C10G 21/02

[43]公开日 1996年4月24日

[22]申请日 94.10.18

[71]申请人 北京市燃气煤化工研究所

地址 100023北京市朝阳区化工路东口

[72]发明人 钟 田 段礼和

[74]专利代理机构 北京市科技专利事务所

代理人 蒋旭荣

C07C 7/00

权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图页数 0 页

[54]发明名称 一种精制蒽、菲和咔唑的新方法

[57]摘要

本发明涉及一种自煤焦油粗蒽成蒽渣中连续精制蒽、菲和咔唑的方法，它采用混合溶剂萃取沉淀法，将蒽渣与含有强极性溶剂、非极性溶剂和乙醇的混合溶液按比例混合，加温溶解后加入沉淀剂，过滤洗涤得到精蒽；在滤液中加入沉淀剂得到粗咔唑，将粗咔唑用非极性溶剂洗涤、过滤，将滤液减压蒸馏，乙醇洗涤，得到纯菲；滤饼经溶解、沉淀、过滤得到少量蒽，将滤液加入沉淀剂，过滤得到精咔唑，该方法分离效率高，减少废渣、产品质量好。

# 权 利 要 求 书

1. 一种精制葱、菲和咔唑的新方法，其特征在于：将葱渣与混合溶剂按比例混合，葱渣与溶剂为50~100克/100~150毫升，混合溶剂中有强极性溶剂（如DMF、DMAC、N-MNP、N-MM）、非极性溶剂（轻油或重芳烃，如苯、甲苯、二甲苯），强极性溶剂与非极性溶剂的体积比为10~40/0~50，混合溶剂中还含有乙醇、丙酮、丁醇，用量为全部溶剂体积的30~70%，在温度为30℃~75℃范围内溶解后，加入沉淀剂，沉淀剂是水或直链烷烃，用量占总溶液体积的5~20%，过滤得到粗葱和滤液，将粗葱用含水的强极性溶剂洗涤二次，得到>95%的精葱，粗葱与含水溶剂比例100克/80~180毫升，100毫升含水溶剂中水量为2~35毫升；

将回收粗葱得到的滤液进一步加入沉淀剂，得到粗咔唑沉淀；

将100克粗咔唑用80~180毫升非极性溶剂（如轻油、重芳烃、苯、甲苯、二甲苯）浸泡、洗涤，除去菲，过滤，滤液经减压蒸馏、乙醇洗涤，得到>98%的纯菲；

将浸泡洗涤产生的滤饼按100克滤饼用80~180毫升强极性溶剂和乙醇体积比1-4/9-6的混合溶剂在30℃~75℃溶解，按全溶液体积5~20%加入沉淀剂，过滤，滤饼为精葱，将滤液倒入含有沉淀剂的容器中，咔唑被沉淀出来，过滤得到>95%的白色咔唑。

2. 如权利要求1所述的一种精制葱、菲和咔唑的新方法，其特征在于：沉淀剂最好是去离子水。

## 一种精制蒽、菲和咔唑的新方法

本发明涉及一种自煤焦油粗蒽或蒽渣中提取蒽、菲和咔唑的方法，尤其是连续提取高含量的蒽、菲和咔唑的方法。

目前国内外粗蒽加工制取精蒽、咔唑和菲的方法可以大致分为以下几种：

- 1) 粗蒽从对原料组份有选择性的溶剂中重结晶的方法；
- 2) 从溶剂中重结晶与蒸馏过程相结合的方法；
- 3) 化学方法——使用两种互不相溶的溶剂进行液相萃取方法；
- 4) 联合方法——重结晶—蒸馏—重结晶方法；
- 5) 在萃取塔中液相萃取方法。

以上方法存在的问题是：

- 1) 操作步骤多，产品含量不高。产品色泽不纯净、不能实现直接提纯产品；
- 2) 分离效率不高、设备动力消耗大；
- 3) 投资高，废渣不能完全消除。

参考文献：

1. [苏] Т. Я. Гоголева                      煤焦油馏分加工（连载）  
《国外炼焦化学》                              1989年第6期
2. [苏] Т. Я. Гоголева                      煤焦油馏分加工（连载）  
《国外炼焦化学》                              1990年第1期。

本发明的目的是要提供一种用混合溶剂萃取沉淀法从煤焦油中连续提取高含量的蒽、菲和咔唑的方法，该法分离效率高，可实现联产，并使原料得以充分利用。

本发明的目的是这样实现的：将蒽渣与混合溶剂按比例混合。蒽渣/溶剂为50~100克/100~150毫升，混合溶剂中强极性溶剂有DMF、DMAC、N-MNP、N-MM，非极性溶剂有轻油或重芳烃，如苯、甲苯、二

甲苯等，强极性溶剂/非极性溶剂的体积比为10~40/0~50，混合溶剂中还含有其它溶剂如乙醇、丙酮、丁醇等，用量为全部溶剂体积的30~70%，在温度为30℃~75℃范围内溶解后，加入沉淀剂，沉淀剂可以是水或直链烷烃，最好是去离子水，用量占总溶液体积的5~20%，此时，溶液为悬浮液，过滤得到粗葱和滤液，滤液另做处理，粗葱中含有大量的葱、少量的咔唑和菲，将粗葱用含水的强极性溶剂洗涤二次，得到>95%的精葱，粗葱与含水溶剂比例100克/80~180毫升，100毫升含水溶剂中水量为2~35毫升。

回收粗葱得到的滤液进一步加入沉淀剂，得到粗咔唑沉淀，它含有大量咔唑、菲和少量的葱。

将100克粗咔唑用80~180毫升非极性溶剂如轻油、重芳烃、苯、甲苯、二甲苯等浸泡、洗涤，除去菲，过滤，滤液中含大量的菲，经减压蒸馏、乙醇洗涤，可得到>98%的纯菲。

将浸泡洗涤产生的滤饼按100克滤饼用80~180毫升强极性溶剂和乙醇体积比1~4/9~6的混合溶剂在30℃~75℃溶解，按全溶液体积5~20%加入沉淀剂，使溶液中含有的葱全部沉淀出来，过滤，滤饼为精葱，滤液倒入含有沉淀剂的容器中，咔唑被沉淀出来，过滤得到>95%的白色咔唑。

本发明由于采用了混合溶剂萃取沉淀法，其优点如下：

1. 该方法为物理操作过程，无化学反应，操作周期短、产量大、产品质量好。
2. 葱、菲和咔唑联产，分离效率高，使原料得以充分利用，减少废渣。
3. 分离出的葱、菲和咔唑含量高，葱为黄绿色、咔唑和菲均为白色。

本发明所使用的原理是：利用葱、菲和咔唑的物理性质，即在不同溶剂中的溶解度以及在混合溶剂中析出的先后顺序来达到精制的目的。

根据本发明提出的从煤焦油中提取高含量蒽、菲和咔唑联产新方法的具体步骤如下：

实施例1. 在装有搅拌器、回流冷凝管和温度计的三口圆底烧瓶中装入75克蒽渣、35毫升DMF、50毫升乙醇和25毫升重芳烃，放入水浴锅，搅拌升温至70℃，保持20分钟，加入7毫升70℃热水，搅拌10分钟，缓慢降温至45℃，过滤，滤饼为粗蒽，滤液为①。将粗蒽在常温下加DMF80毫升、水20毫升，洗涤过滤，得到精蒽产品，含量大于95%。将滤液①倒入70毫升水中，过滤，滤饼为粗咔唑，用100毫升重芳烃常温洗涤30分钟，过滤，得到滤饼为②。将母液蒸馏，溶剂回收重用，残渣为菲渣，用乙醇溶解，水沉淀后过滤，得到精制菲。将滤饼②加30毫升DMF、40毫升乙醇，于70℃溶解，加入3毫升水，冷却降温至45℃，过滤，滤饼为少量精蒽。将滤液直接倒入装有70毫升水的吸滤瓶中，得到白色沉淀，沉淀过滤得到白色咔唑，含量大于95%。

实施例2. 将75克蒽渣、15毫升N-MNP、60毫升乙醇、35毫升重芳烃放入烧瓶中，步骤如实施例1，所不同的是：将滤饼②加10毫升N-MNP、60毫升乙醇于70℃溶解即可。