



(19)  
Bundesrepublik Deutschland  
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 601 19 720 T2** 2006.09.21

(12) **Übersetzung der europäischen Patentschrift**

(97) **EP 1 274 812 B1**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **601 19 720.8**

(86) PCT-Aktenzeichen: **PCT/US01/08895**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **01 922 494.8**

(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: **WO 2001/079388**

(86) PCT-Anmeldetag: **20.03.2001**

(87) Veröffentlichungstag  
der PCT-Anmeldung: **25.10.2001**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **15.01.2003**

(97) Veröffentlichungstag  
der Patenterteilung beim EPA: **17.05.2006**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **21.09.2006**

(51) Int Cl.<sup>8</sup>: **C10G 21/16** (2006.01)  
**C10G 21/06** (2006.01)

(30) Unionspriorität:  
**551659**      **18.04.2000**      **US**

(73) Patentinhaber:  
**ExxonMobil Research and Engineering Co.,  
Annandale, N.J., US**

(74) Vertreter:  
**Uexküll & Stolberg, 22607 Hamburg**

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
**AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT,  
LI, LU, MC, NL, PT, SE, TR**

(72) Erfinder:  
**GREANEY, Alan, Mark, Upper Black Eddy, PA  
18972, US; BEGASSE, Nicholas, John, Livingston,  
NJ 07039, US**

(54) Bezeichnung: **ABTRENNUNG EINER ANGEREICHERTEN QUELLE VON LEITFÄHIGEN POLYMERVORLÄUFERN**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

**Beschreibung**

## Gebiet der Erfindung

**[0001]** Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zum Isolieren einer angereicherten Quelle für Vorläufer für leitfähiges Polymer aus heterocyclischen Stickstoff enthaltenden Kohlenwasserstoffströmen.

## Hintergrund der Erfindung

**[0002]** Leitfähige Polymere wie Polypyrrol, Polyindol, Polycarbazol und andere polymere heterocyclischen Stickstoff enthaltende Verbindungen sind wertvolle Wirtschaftsgüter (siehe "Polymers, Electrically Conducting", von Herbert Naarman, in Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, Vol. A21, VCH Publishers, Inc., 1992, Seiten 429–447), zu deren potentiellen Anwendungen flexible leitfähige Wege in gedruckten Schaltungen, Heizfolien, Folientastaturen, Elektrodenmaterialien in wiederaufladbaren Batterien und Polymerbeschichtungen in elektrochemischen Sensorgeräten gehören. Diese Polymere können aus geeigneten Monomeren oder Vorläufern durch bekannte Verfahren hergestellt werden.

**[0003]** Erdölströme liefern potentielle Quellen für solche Monomere oder Vorläufer. Die Konzentration dieser Monomere oder Vorläufer ist in der Regel jedoch sehr niedrig, und sie sind mit Materialien mit ähnlichem Siedepunkt verunreinigt, was ihre Isolierung erschwert. Diese Monomere oder Vorläufer sind derzeit als Brennstoffquellen nicht wertvoll und wirken in der Tat als Katalysatorgifte, so dass ihre Entfernung aus den Erdölströmen den doppelten Nutzen hätte, Katalysatorgifte aus dem Erdölstrom zu entfernen, während die Gewinnung von Verbindungen mit Wert zur Verwendung als chemische Produkte erleichtert würde.

**[0004]** Erdölströme enthalten viele verschiedene Organostickstoffspezies. Es wurden daher Anstrengungen unternommen, einige dieser Spezies wegen ihrer nachteiligen Wirkungen auf in der Erdölverarbeitung verwendeten Katalysatoren zu entfernen. In US-A-5 675 043 ist beispielsweise ein Verfahren beschrieben, das Nitrile aus niedrig siedenden Erdöleinsatzmaterialien für katalytische Umwandlungsverfahren entfernt. Darin wurden Modell-Nitril (RCN) enthaltende Kohlenwasserstoffströme bei niedrigeren Temperaturen, z. B. 16 bis 149°C (60–300°F) unter Verwendung von Lösungsmitteln behandelt, die einer speziellen Formel entsprechen. Die Modelleinsatzmaterialien enthielten keine heterocyclischen Stickstoffverbindungen wie jene, die für schwere Kohlenwasserstoffeinsatzmaterialien charakteristisch sind, z. B. in Einsatzmaterialien mit einem Siedepunkt von 232–566°C (450°F bis 1050°F). Das Patent lehrt zudem von der Verwendung höherer Verfahrenstemperaturen weg und bemerkt, dass die Auswahl der Lösungsmittel a priori nicht leicht bestimmt werden kann. Echte Erdölströme sind komplexe Mischungen von stickstoffhaltigen Verbindungen und anderen Komponenten. Ein Fachmann wäre somit nicht in der Lage, von dem niedrig siedenden nitrilhaltigen Kohlenwasserstoffstrom des Patents auf die Behandlung anderer, höher siedender Ströme zu extrapolieren, die andere Organostickstoffspezies enthalten.

**[0005]** Andere Patente beschreiben die Entfernung basischer heterocyclischer Stickstoffspezies wie Chinoline aus Rohölen oder Fraktionen durch Extraktion mit Carbonsäuren (z. B. US-A-4 985 139 mit Carbonsäuren und US-A-2 848 375 mit Borsäure und polyhydroxyorganischen Verbindungen). In diesem Fall wird die Basizität des zu entfernenden Zielmoleküls genutzt, indem es mit einem sauren Extraktionsmittel umgesetzt wird. Die in dem Einsatzmaterial nach der Behandlung mit Säure verbleibenden Organostickstoffspezies sind vermutlich jedoch nicht-basische heterocyclische Stickstoffspezies. Das beschriebene Verfahren ist zu ihrer Entfernung ineffektiv. Diese "nicht-basischen" heterocyclischen Stickstoffspezies, z. B. Pyrrol, Indol, Carbazol und ihre substituierten Derivate, fallen in diese Klasse. Da sie vermutlich jedoch nicht so schädlich für die Katalysatorfunktion sind wie die basischen heterocyclischen Stickstoffverbindungen oder einen negativen Einfluss auf die Leistung von Erdölprodukten haben, wurde ihrer Entfernung weniger Aufmerksamkeit zugewendet.

**[0006]** Es wäre wünschenswert, Verfahren zum selektiven Isolieren oder Gewinnen dieser nicht-basischen stickstoffhaltigen heterocyclischen Materialien als Vorläufer für wertvollere Produkte zu entwickeln. Die vorliegende Erfindung spricht diesen Bedarf an.

**[0007]** US-A-2 848 375 beansprucht und offenbart ein Verfahren zur Entfernung von stickstoffhaltigen basischen Verunreinigungen aus einer Kohlenwasserstofffraktion, die dieselben enthält, bei dem die Fraktion mit einer Lösung behandelt wird, die Borsäure und eine polyhydroxyorganische Verbindung umfasst, und der gereinigte Kohlenwasserstoff gewonnen wird.

**[0008]** Die vorliegende Erfindung liefert ein Verfahren zum Isolieren von Vorläufern von leitfähigen Polymeren

durch Stufen, die in Anspruch 1 des der Beschreibung der Erfindung folgenden Satzes von Ansprüchen definiert sind.

**[0009]** Optionale und/oder bevorzugte Merkmale des erfindungsgemäßen Verfahrens sind in den anderen Ansprüchen des Satzes von Ansprüchen definiert.

#### Detaillierte Beschreibung der bevorzugten Ausführungsformen

**[0010]** Elektropolymerisationsreaktionen erfordern die Anwesenheit von leitfähigen Polymeren und geeigneten Monomeren, um das Kettenwachstum fortzusetzen. Zur Herstellung von Polypyrrolen, Polyindolen oder Polycarbazolen sind beispielsweise die entsprechenden Vorläufer (d. h. Monomere) erforderlich, Pyrrole, Indole und Carbazole, die substituiert oder unsubstituiert sein können. Mit Substitution ist gemeint, dass sich an diesen Monomeren auch zusätzliche nicht-störende organische Gruppen wie Alkyl-, Cycloalkyl- oder Arylseitenketten befinden können. Dies ist in der Regel bei Monomeren der Fall, die aus Erdölquellen stammen.

**[0011]** Eine bevorzugte Ausführungsform der vorliegenden Erfindung liefert ein Verfahren zum Isolieren, Gewinnen oder Konzentrieren von Vorläufern leitfähiger Polymere, die von geeigneten Erdölströmen abgeleitet sind. Das Verfahren ist somit zur Herstellung eines Konzentrats dieser Vorläufer brauchbar.

**[0012]** Bestimmte Verfahrensströme enthalten Quellen für Monomere und andere Untereinheiten oder Vorläufer, die zur Herstellung leitfähiger Polymere brauchbar sind. Solche Verfahrensströme liefern diese jedoch oft nicht in ausreichender Konzentration oder Reinheit und sind daher traditionellerweise nicht als erwünschte Quelle derartiger Vorläufer angesehen worden. Die Anmelder haben ein Verfahren zum Gewinnen und Konzentrieren von Monomeren und anderen Untereinheiten gefunden, die als Vorläufer bei der Herstellung von leitfähigen Polymeren aus Verfahrensströmen, die sie enthalten, geeignet sind.

**[0013]** Diese Verfahrensströme sind typischerweise Kohlenwasserstoffströme, die nicht-basische heterocyclische Organostickstoffverbindungen enthalten. Gegebenenfalls können auch andere Organostickstoffspezies in dem Strom vorhanden sein, ihre Anwesenheit ist jedoch nicht erforderlich. Diese nicht-basischen organostickstoffhaltigen Verbindungen sind in Erdölströmen oder Fraktionen mit einem Siedepunkt von mindestens 232°C bis 566°C (mindestens 450°F bis 1050°F) vorhanden. Diese Ströme oder Fraktionen sollten unter Verfahrensbedingungen flüssig sein.

**[0014]** Mit "leitfähigen Polymeren" sind organische stickstoffhaltige Polymere aus Elektropolymerisationsreaktionen gemeint. Die Begriffe "Vorläufer", "Untereinheiten" und dergleichen schließen Monomere, Dimere und größere Untereinheiten dieser Organostickstoff enthaltenden Verbindungen ein, z. B. Pyrrole, Indole und Carbazole, die in den obigen Siedepunktbereich der Kohlenwasserstoffströme fallen.

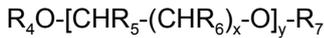
**[0015]** Eine bevorzugte Ausführungsform des Verfahrens liefert das Kontaktieren eines Kohlenwasserstoffstroms, der derartige nicht-basische heterocyclische Stickstoffverbindungen enthält, mit einer wirksamen Menge, 10–200% auf Volumenbasis relativ zu dem Volumen des Erdöleinsatzmaterials, eines Behandlungsmittels (Lösungsmittels) ausgewählt aus Alkylenglykolen, Polyalkylenglykolen, Alkylenglykolethern, Polyalkylenglykolethern und Mischungen davon. Die Glykole der oben genannten Materialien haben durchschnittliche Molekulargewichte (Zahlenmittel) von weniger als 1000, vorzugsweise weniger als 600, und die Glykolether der oben genannte Materialien haben durchschnittliche Molekulargewichte (Zahlenmittel) von weniger als 1200. Alkyl- und Polyalkylenglykole schließen Ethylenglykole beziehungsweise Polyethylenglykole ein, und Alkyl- und Polyalkylenglykolether schließen Polyethylenglykolether und -diether ein. Das Behandlungsmittel ist insbesondere Ethylen- und Polyethylenglykole, z. B. Ethylenglykol, Di-, Tri- und Tetraethylenglykol, Polyethylenglykole (PEGs). "Poly" bezieht sich hier auf Di-, Tri-, Tetra- und höhere Einheiten.

**[0016]** Alkylenglykole können durch die Formel:



wiedergegeben werden, in der n eine ganze Zahl von 1 bis 5, vorzugsweise 1 bis 2 ist; m mindestens 1, vorzugsweise 1 bis 20, am meisten bevorzugt 1 bis 8 ist; R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub> und R<sub>3</sub> unabhängig ausgewählt sind und Wasserstoff, Alkyl, Aryl, Alkylaryl, vorzugsweise H und Alkyl, vorzugsweise mit 1 bis 10 Kohlenstoffatomen sind.

**[0017]** Glykolether können durch die Formel:



wiedergegeben werden, in der  $R_4$ ,  $R_5$ ,  $R_6$  und  $R_7$  unabhängig ausgewählt sind und Wasserstoff, Alkyl mit der Maßgabe sind, dass  $R_4$  und  $R_7$  nicht beide Wasserstoff sind;  $x$  eine ganze Zahl von 1 bis 5, vorzugsweise 1 bis 2 ist;  $y$  eine ganze Zahl von 1 bis 10, vorzugsweise 2 bis 8, am meisten bevorzugt 2 bis 5 ist;  $R_4$  bis  $R_7$  vorzugsweise ausgewählt sind aus Wasserstoff und Alkylgruppen und, wenn  $R_4$ ,  $R_5$ ,  $R_6$  oder  $R_7$  eine Alkylgruppe ist, sie vorzugsweise 1 bis 10 Kohlenstoffatome hat; insbesondere hat  $R_4$  1 bis 5 Kohlenstoffatome und  $R_5$  bis  $R_7$  ist Wasserstoff.

**[0018]** Das Behandlungsmittel sollte unter Verfahrensbedingungen flüssig oder verflüssigbar sein.

**[0019]** Die Kontaktierungsstufe (a) wird unter Bedingungen durchgeführt, die wirksam sind, um die nicht-basische heterocyclische Stickstoffverbindung zerstörungsfrei aus dem Strom zu entfernen. Die Temperaturen reichen in der Regel aus, um den Einsatzmaterialstrom in einem flüssigen oder fließfähigen Zustand zu halten und die gleichförmige Verteilung des Behandlungsmittels in dem zu behandelnden Einsatzmaterialstrom zu ermöglichen. Solche Temperaturen können durch einen Fachmann bestimmt werden, können jedoch im Bereich von 20°C bis 250°C liegen. Drücke sind geeigneterweise atmosphärischer Druck bis 10.000 kPa, aus wirtschaftlichen Gründen kann es jedoch vorteilhafter sein, das Verfahren unter autogenem Druck durchzuführen. Das Behandlungsmittel wird in einer ausreichenden Menge zugegeben, um die nicht-basischen heterocyclischen stickstoffhaltigen Verbindungen aus dem zu behandelnden Strom zu vermindern und vorzugsweise alle von ihnen zu gewinnen. Da bei solchen Strömen der Gehalt an nicht-basischem heterocyclischem Stickstoff variiert, kann die Menge des Behandlungsmittels dementsprechend eingestellt werden.

**[0020]** Jeder kohlenwasserstoffartige oder kohlenwasserstoffhaltige Strom innerhalb des offenbarten Siedepunktbereichs, der nicht-basische heterocyclische Stickstoffspezies enthält, kann nach diesem Verfahren behandelt werden, einschließlich Kerosin, Diesel, leichtem Gasöl, atmosphärischem Gasöl, Vakuumbgasöl, Leichtöl aus dem katalytischen Cracker und Leichtöl aus dem Katalysezyklus.

**[0021]** In Stufe (a) des Verfahrens produziert das Kontaktieren des nicht-basischen heterocyclischen stickstoffhaltigen Kohlenwasserstoffstroms mit dem Behandlungsmittel einen ersten Strom, der an nicht-basischen heterocyclischen stickstoffhaltigen Kohlenwasserstoffverbindungen angereichert ist, und einen zweiten behandelten Strom mit einem herabgesetzten Gehalt an nicht-basischem heterocyclischem Stickstoff.

**[0022]** In Stufe (b) des Verfahrens wird der zweite behandelte Strom mit einer Lösung kontaktiert, die eine Mischung eines Mittels ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Alkyl- und Polyalkylenglykolen und Alkyl- und Polyalkylenglykolethern mit einem durchschnittlichen Molekulargewicht (Zahlenmittel) von weniger als 1000 beziehungsweise weniger als 1200 sowie Mischungen davon und einer wirksamen Menge einer Mineralsäure enthält, um einen an heterocyclischen stickstoffhaltigen Kohlenwasserstoffverbindungen angereicherten Strom und einen behandelten Strom mit einem herabgesetzten Gehalt an heterocyclischem Stickstoff zu produzieren.

**[0023]** Eine effektive Menge der Mineralsäure kann in der Regel 1 bis 10 Milliäquivalente Mineralsäuren wie Schwefel-, Salz-, Phosphor- und Phosphorigsäuren und Mischungen davon sein. Organische Säuren wie Essigsäure sind in diesem Fall nicht so wirksam wie Mineralsäuren. Die Erfindung ermöglicht somit die Entfernung von sowohl nicht-basischen heterocyclischen Stickstoffspezies, wie Carbazolen, als auch basischen Spezies, wie Anilinen und Chinolinen, die beide zur Herstellung leitfähiger Polymere brauchbar sind. Das Verhältnis von basischen zu nicht-basischen heterocyclischen Spezies variiert über den Bereich der Erdölströme erheblich. Der anfängliche Einsatzmaterialstrom wird somit zuerst behandelt, um die nicht-basischen heterocyclischen Spezies mit nicht angesäuertem Lösungsmittel zu extrahieren, und eine zweite Extraktion wird wie beschrieben mit angesäuertem Lösungsmittel durchgeführt, um die basischen Stickstoffspezies zu isolieren.

**[0024]** Nach der Trennung der vorläuferreichen extrahierten Phase aus dem Kohlenwasserstoffstrom können die heterocyclischen Stickstoffspezies durch Mittel gewonnen werden, die Fachleuten bekannt sind, beispielsweise durch Zugabe einer effektiven Menge an Wasser zu dem Extrakt, wodurch eine Phasentrennung der heterocyclischen Stickstoffmoleküle herbeigeführt wird. Diese hochkonzentrierte stickstoffreiche Phase kann ferner durch konventionelle Mittel nach Bedarf gereinigt werden, bevor sie elektrochemischer Polymerisation unterzogen wird.

**[0025]** Das Verfahren liefert somit einen einfachen Prozess zum Gewinnen oder Konzentrieren von Stickstoffverbindungen aus bestimmten Kohlenwasserstoffströmen, erwünschterweise ungeachtet ihrer Acidität oder Al-

kalinität. Das Verfahren ermöglicht somit die Gewinnung dieser Verbindungen, die zur Synthese leitfähiger Polymere brauchbar sind, und liefert einen Einsatzmaterialstrom, der an diesen Komponenten angereichert ist. Der behandelte Erdöleinsatzmaterialstrom hat günstigerweise auch einen herabgesetzten Stickstoffgehalt.

**[0026]** Die Erfindung kann in Bezug auf die folgenden Beispiele demonstriert werden.

#### Beispiel 1: Stickstoffentfernung

**[0027]** 50 g unbehandelter Diesel und 50 g Lösungsmittel wurden in einem 250 ml Scheidetrichter eine Minute bei 25°C kräftig geschüttelt. Die beiden Phasen wurden sich trennen gelassen. Der Stickstoffgehalt der oberen Phase wurde gemäß ASTM D-4629 unter Verwendung von Gaschromatographieanalyse mit einem stickstoffspezifischen Detektor (Antek) bestimmt. Tabelle 1 enthält die für einen Bereich von Lösungsmitteln erhaltenen Stickstoffentfernungsergebnisse.

Tabelle 1: Stickstoffgehalt, der nach Lösungsmittlextraktion im Einsatzmaterial verbleibt

Lösungsmittel	ppm Stickstoff
Dieseinsatzmaterial	87
Ethylenglykol	26
Triethylenglykol	34
PEG 300	23
PEG 400	25
PEG 600	18
Methoxy-PEG 350	20
Methoxy-PEG 550	21
Dimethoxy-PEG 250	22
Dimethoxy-PEG 500	22
2-Methoxyethanol	28
2-Ethoxyethanol	19

#### Beispiel 2: Mehrfachextraktion zur Erhöhung der Gewinnung von Stickstoffspezies

**[0028]** Extraktionen wurden wie in Beispiel 1 beschrieben mit 5 g Einsatzmaterial und 5 g Lösungsmittel durchgeführt. Das Dieseinsatzmaterial für diese Experimente hatte einen Anfangsstickstoffgehalt von 103 ppm. Das Einsatzmaterial wurde nach der Phasentrennung erneut mit frischem Lösungsmittel extrahiert. Stickstoffgehalte in dem Einsatzmaterial wurden nach jeder Extraktion wie in Beispiel 1 bestimmt. Tabelle 2 zeigt die Ergebnisse wiederholter Extraktionen mit zwei Lösungsmitteln, Polyethylenglykol 400 (PEG 400) und Methoxypolyethylenglykol 350 (MPEG 350).

Tabelle 2: Stickstoffgehalt, der nach wiederholten Extraktionen im Einsatzmaterial verbleibt

Zahl der Extraktionen	ppm Stickstoff	
	PEG 400	MPEG 350
0	103	103
1	20	20
2	18	14
3	10	8
4	-	7

#### Beispiel 3: Verstärkte Stickstoffentfernung durch Mineralsäurezusatz

**[0029]** Extraktionen wie in Beispiel 2 beschrieben wurden wiederholt, jedoch mit Zusatz von ungefähr 0,5 Gew.-% Schwefelsäure zu Polyethylenglykol ("PEG") 400 und Methoxypolyethylenglykol ("MPEG") 550. Es wurden wiederholte Extraktionen mit frisch angesäuertem Lösungsmittel durchgeführt und der Stickstoffgehalt in dem Einsatzmaterial nach jeder Extraktion wie in Beispiel 1 bestimmt. Tabelle 3 enthält die Ergebnisse.

Tabelle 3: Stickstoffgehalt, der nach wiederholten Extraktionen mit angesäuerten Lösungsmitteln im Einsatzmaterial verbleibt

Zahl der Extraktionen	ppm Stickstoff	
	angesäuertes PEG 400	angesäuertes MPEG 550
0	103	103
1	7	5
2	5	1,5
3	3	0,7
4	--	0,7

Vergleichsbeispiel: Zugabe von Essigsäure zu PEG 400

**[0030]** Das oben in Beispiel 1 verwendete Verfahren wurde wiederholt, außer dass vor dem Mischen mit dem Diesel 5 Gew.-% Essigsäure zu dem PEG 400 gegeben wurden. Nach Extraktion mit der PEG 400/Essigsäure-Lösungsmittelmischung sank der Stickstoffgehalt im Einsatzmaterial (bestimmt wie in Beispiel 1) von 87 Gew.ppm auf 35 Gew.ppm. Dies war eine geringere Stickstoffentfernung, als mit PEG 400 allein erreicht worden war (25 Gew.ppm). Essigsäure ist als Zusatz nicht so wirksam wie die Mineralsäuren.

Beispiel 4: Gewinnung des nicht-basischen Stickstoffheterocyclenstroms

**[0031]** Zwei Liter unbehandelter Diesel wurden mit 500 ml PEG 400 bei Raumtemperatur extrahiert. Das PEG 400 wurde durch Verwendung eines Glasscheidetrichters von dem extrahierten Diesel getrennt. Zu dem PEG-Extrakt wurde dann ein gleiches Volumen an Wasser gegeben und es wurde gelinde gemischt und auf 95°C erwärmt. Von dem Extrakt schied sich ein öliges Material ab. Dieses Material wurde isoliert. Elementaranalyse durch Verbrennung zeigte, dass der Stickstoffgehalt 0,15 Gew.-% betrug. Dies zeigt einen Anstieg der Stickstoffkonzentration in dem extrahierten Material relativ zu dem Anfangseinsatzmaterial von 17.

Beispiel 5: Identifizierung der entfernten Organostickstoffspezies

**[0032]** Das in Beispiel 1 verwendete Verfahren wurde mit einer Probe eines unbehandelten Diesels durchgeführt. Das Einsatzmaterial und der Produktdiesel wurden beide gaschromatographischer Analyse mit einem stickstoffspezifischen Detektor (Antek) unterzogen, um die verschiedenen Klassen von Organostickstoffspezies zu differenzieren, die in den Proben gefunden wurden. Es wurde gefunden, dass das Anfangseinsatzmaterial 93 ppm Carbazole, 6 ppm Indole und 1 ppm Anilin enthielt. Es wurde gefunden, dass der Produktdiesel nach der Extraktion 37 ppm Carbazole, 0 ppm Indole und 1 ppm Anilin enthielt. Wie aus diesen Daten hervorgeht, entfernt PEG selektiv die nicht-basischen Stickstoffspezies (Indole und Carbazole) bevorzugt gegenüber den basischen Stickstoffspezies, wie Anilinen.

### Patentansprüche

1. Verfahren zum Isolieren von Vorläufern für leitende Polymere, bei dem

(a) ein nicht-basischen heterocyclischen Stickstoff enthaltender Kohlenwasserstoffstrom mit einem Siedepunkt von 232°C bis 566°C (450°F bis 1050°F) mit einer wirksamen Menge eines Behandlungsmittels, das aus Alkylen- oder Polyalkylenglykol mit einem durchschnittlichen Molekulargewicht (Zahlenmittel) von weniger als 1000, Alkylen- oder Polyalkylenglykolether mit einem durchschnittlichen Molekulargewicht (Zahlenmittel) von weniger als 1200 oder Mischungen davon besteht, unter Bedingungen, die wirksam sind, um die Reaktanten in flüssiger Phase zu halten, kontaktiert wird, um einen ersten Strom, der an nicht-basischen heterocyclischen Stickstoff enthaltenden Kohlenwasserstoffverbindungen angereichert ist, und einen zweiten behandelten Strom mit einem verringerten Gehalt an nicht-basischem heterocyclischen Stickstoff herzustellen, und

(b) der zweite behandelte Strom mit einer Lösung, die eine Mischung eines Mittels enthält, das ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Alkylen- und Polyalkylenglykolen mit einem durchschnittlichen Molekulargewicht (Zahlenmittel) von weniger als 1000 und Alkylen- oder Polyalkylenglykolethern mit einem durchschnittlichen Molekulargewicht (Zahlenmittel) von weniger als 1200 und Mischungen davon, und mit einer wirksamen Menge einer Mineralsäure kontaktiert wird, um einen Strom, der an heterocyclischen Stickstoff enthaltenden Kohlenwasserstoffverbindungen angereichert ist, und einen behandelten Strom mit einem verringerten Gehalt an heterocyclischem Stickstoff herzustellen.

2. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem der Kohlenwasserstoffstrom ausgewählt ist aus Kerosin, Diesel, leichtem Gasöl, atmosphärischem Gasöl, Vakuumgasöl, leichtem katalytischen Cracköl und Leichtöl aus dem Katalysezyklus.

3. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem die wirksame Menge an Mineralsäure 1 bis 10 mÄq beträgt.

4. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem das Behandlungsmittel ausgewählt ist aus Ethylenglykol, Polyethylenglykol, Polyethylenglykolethern und -diethern.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen