

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

83415

Patent dodatkowy
do patentu nr 79 145

Zgłoszono: 09.06.1971 (P. 148697)

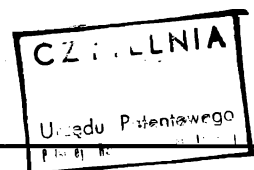
Pierwszeństwo: 10.06.1970 dla zastrz. 1, 2
16.10.1970 dla zastrz. 3 i 4
Republika
Federalna
Niemiec

Zgłoszenie ogłoszono: 05.05.1973

Opis patentowy opublikowano: 15.10.1976

MKP C07c 49/68

Int. Cl.²
C07C 49/68



Twórca wynalazku: _____

Uprawniony z patentu: Badische Anilin und Soda Fabrik AG, Ludwigshafen (Republika Federalna Niemiec)

Sposób wytwarzania antrachinonu

1

Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania antrachinonu.

Przedmiotem patentu głównego nr 79145 jest sposób wytwarzania antrachinonu polegający na tym, że indany o wzorze ogólnym 1, w którym R_1 , R_2 i R_3 oznaczają jednakowe lub różne rodniki alkilowe, a ponadto każde z R_1 i/lub R_3 może oznaczać atom wodoru, utlenia się katalitycznie w fazie gazowej.

Obecnie stwierdzono, że sposób podany w patentencie głównym można dalej ulepszyć, przeprowadzając reakcję z indanami o wzorze ogólnym 1 w obecności związków wanadu pięciowartościowego oraz dodatkowo w obecności związków potasu, boru, talu, antymonu i/lub cezu.

W przypadku zastosowania związków wanadu pięciowartościowego i dodatkowo wymienionych związków pierwiastków dodatkowych jako katalizatorów oraz związków wyjściowych o wzorze ogólnym 1 korzystne są następujące warunki reakcji. W przypadku 1-metylo-3-fenylindanu wsad może wynosić 5—100, korzystnie 10—60, a zwłaszcza 25—60 g katalizatora (lub katalizatora na nośniku) na 1 m³ powietrza w warunkach normalnych. Stosuje się korzystnie 20—2 000, korzystnie 40—500 g substancji wyjściowej o wzorze ogólnym 1 na liter katalizatora (lub katalizatora na nośniku) i godzinę, przy czym w katalizatorze występuje jeden lub więcej związków wanadu pięciowartościowego

2

i jeden lub więcej związków potasu, boru, talu, antymonu i/lub cezu.

Niezależnie od składu związku i wartościowości odpowiedniego metalu w związku stosunek atomowy wanadu do pierwiastka dodatkowego — potasu, boru, talu i/lub antymonu w katalizatorze wynosi korzystnie 1000—5:1. Najkorzystniejsze są stosunki atomowe 800—3, zwłaszcza 500—4 wanadu do 1 antymonu, 500—10, zwłaszcza 200—15 wanadu do 1 potasu, poniżej 800, zwłaszcza 600—12, najkorzystniej 500—20 wanadu do 1 talu i 100—1, zwłaszcza 20—5 wanadu do 1 boru.

Stosunek atomowy wanadu do pierwiastka dodatkowego cezu wynosi korzystnie 2000—5 wanadu do 1 cezu, najkorzystniej 1000—12, zwłaszcza 200—15 wanadu do 1 cezu. Jeżeli obok cezu używa się jeszcze jako składników katalizatora antymonu, potasu, talu i/lub boru, to najkorzystniejsze stosunki atomowe obok stosunków atomowych wymienionych dla cezu wynoszą 800—3, zwłaszcza 500—4 wanadu do 1 antymonu, 500—10, zwłaszcza 200—15 wanadu do 1 potasu, poniżej 800, zwłaszcza 600—12, najkorzystniej 500—20 wanadu do 1 talu i 100—1, zwłaszcza 20—5 wanadu do 1 boru.

Katalizatory stosuje się korzystnie razem z nośnikiem, np. pumeksem, dwutlenkiem tytanu, steatylem, węglikiem krzemu, tlenkami żelaza, krzemu, glinu i krzemianami glinu, jak mullit.

Związki pierwiastków dodatkowych można wybierać w dowolny sposób, przy czym na ogół mogą

to być tlenki, kwasy, zasady, sole, np. węglany, kwaśne węglany, chlorki lub azotany oraz takie związki pierwiastków dodatkowych, które podczas wytwarzania katalizatora lub podczas reakcji przechodzą w odpowiednie tlenki.

Jako związki dodatkowe nadają się np. trójtlenek antymonu, węglan potasu, trójtlenek boru, azotan talu, kwas borowy, wodorotlenek potasu, trójtlenek, czterotlenek lub pięciotlenek antymonu, azotan potasu, kwaśny węglan potasu, szczawian potasu, mrówczan potasu, octan talu, węglan talu, boran amonu, tlenek cezu, wodorotlenek cezu, węglan cezu, azotan cezu, kwaśny węglan cezu, szczawian cezu, mrówczan cezu, octan cezu, kwaśny winian cezu.

Składniki aktywne katalitycznie można nanosić na obojętne nośniki według zwykłego sposobu (Houben-Weyl, Methoden der organischen Chemie, tom 4/2, strony 143—240), np. przez nasycanie, natrysk lub wytrącanie i następnie kalcynowanie wytworzonego w ten sposób katalizatora na nośniku.

Poza tym przeprowadza się proces w warunkach sposobu według patentu głównego, zwłaszcza odnośnie do prowadzenia reakcji, wytwarzania i składu katalizatora.

Korzystne jest także wytwarzanie katalizatorów zawierających pięciotlenek wanadu na nośnikach kulistych według sposobu polegającego na natrysku płomieniowym lub plazmowym. Wymienione związki dodatkowe można mieszać mechanicznie z nanoszonym przez natrysk płomieniowy pięciotlenkiem wanadu lub związkiem, który podczas ogrzewania przechodzi w pięciotlenek wanadu, np. kwasem wanadowym.

Może jednak być korzystne wytwarzanie najpierw jednorodnego roztworu, który zawiera pierwiastki przeznaczone do naniesienia. Z roztworu tego można uzyskiwać związki przeznaczone do naniesienia, np. przez odparowanie (porównaj przykład I). Jako związki dodatkowe wybiera się korzystnie takie, które mają temperaturę topnienia poniżej 1200°C, aby umożliwić wystarczającą przyczepność do nośnika.

Związki takie są najkorzystniejsze zwłaszcza w takich przypadkach, w których pierwiastek dodatkowy występuje w katalizatorze w większej ilości. W szczególnym przypadku należy stosować palnik plazmowy przy związkach o wyższej temperaturze topnienia. W tym przypadku unika się korzystnie częściowej lub całkowitej redukcji wanadu pięciowartościowego do czterowartościowego, aby nie dopuścić do powstawania wanadu czterowartościowego o wyższej temperaturze topnienia.

Utlenianie przeprowadza się korzystnie w temperaturze 250—500°C, zwłaszcza 300—450°C. Temperaturę tę mierzy się z reguły jako temperaturę medium chłodzącego, np. łaźni azotanowej (temperatura ścianki nury). Ubogi w ten strumień cząstkowy odgazów reakcyjnych można nasycać parą substancji wyjściowej w celu ustalenia żądanego stężenia indanu o wzorze ogólnym I w mieszaninie reakcyjnej.

W najkorzystniejszym wariantcie wykonywania sposobu według wynalazku, jak również według

patentu głównego, katalizator lub korzystnie katalizator naniesiony na nośnik w dowolny sposób, najkorzystniej według wymienionego powyżej sposobu polegającego na natrysku płomieniowym lub plazmowym, ogrzewa się do temperatury 450—650, korzystnie 500—600°C i utrzymuje w tej temperaturze przez pewien czas (kalcynowania). Czas kalcynowania wynosi korzystnie 1—24 godzin, zwłaszcza 5—16 godzin. Kalcynuje się najkorzystniej w obecności gazów zawierających tlen np. powietrza lub gazów spalinowych, pod ciśnieniem 1—3 atm. Odnośnie do dalszych szczegółów wytwarzania katalizatora wskazuje się na Ullmanna "Enzyklopaedie der technischen Chemie", tom 9, strony 254 i następne.

Podane w przykładach części oznaczają części wagowe. Odnoszą się one do części objętościowych jak kilogram do litra. Niżej podane przykłady wyjaśniają bliżej wynalazek.

Przykład I. Wytwarzanie katalizatora wanadowo-antymonowego 100 części sproszkowanego pięciotlenku wanadu miesza się jednorodnie z roztworem 1,57 części trójtlenku antymonu w 0,5 częściach stężonego kwasu solnego, zobojętnia stężonym roztworem amoniaku i odparowuje do sucha.

Następnie odparowuje się z stężonym kwasem azotowym, celem odpędzenia amoniaku w postaci azotanu amonowego. Po odparowaniu topi się masę i proszkuje. 10,0 części sproszkowanej masy nanosi się za pomocą aparatu do spryskiwania płomieniowego na 90 części węgliku krzemu w postaci kulek o średnicy 4—6 mm.

Przykład II. Katalizator wytwarza się analogicznie jak w przykładzie I, przy czym do 100 części pięciotlenku wanadu dodaje się 7,85 części trójtlenku antymonu.

Przykład III. Katalizator wytwarza się analogicznie jak w przykładzie I, przy czym do 100 części pięciotlenku wanadu dodaje się 15,7 części trójtlenku antymonu.

Przykład IV. 48 części katalizatora, wytworzonego według przykładu I umieszcza się w reaktorze rurowym (wewnętrzna średnica 21 mm). Następnie przepuszcza się mieszaninę 213 000 części objętościowych powietrza i 7,68 części 1-metylo-3-fenylo-indanu na godzinę przez katalizator. Temperatura ścian rurowego reaktora wynosi 395°C, zaś temperatura we wnętrzu warstwy katalizatora 450°C. Gazową mieszaninę reakcyjną wychodzącą z reaktora oziębia się do temperatury 50°C, przy czym ulegają kondensacji produkt końcowy i nieprzereagowany 1-metylo-3-fenylo-indan. Nieskondensowaną część wymywa się wodą. Pozostałość po odparowaniu wody z przemywania, łączy się z kondensatem.

Uzyskuje się następujące wyniki:

produkt wyjściowy 1-metylo-3-fenylo-indan	23,05 części
gaz odpadowy	636 000 części
	objętościowych

zawartość tlenku i dwutlenku
węgla:

w gazie odpadkowym	1,75% obję- tościowych
surowy produkt końcowy	20,54 części

W surowym produkcie końcowym oznaczono za pomocą absorpcji w nadfiolecie:

67,3% wagowych antrachinonu	13,8 części
21% wagowych bezwodnika kwasu ftalowego	4,3 części
0,4% wagowych nieprzereagowanego produktu wyjściowego o wzorze 1	0,08 części

co odpowiada konwersji 99,6% teoretycznej i 60,2% wydajności teoretycznej antrachinonu, w przeliczeniu na przereagowany produkt wyjściowy.

Przykład V. 48 części katalizatora, wytworzonego według przykładu II umieszcza się w reaktorze rurowym (wewnętrzna średnica 21 mm). Następnie przepuszcza się mieszaninę 105 000 części objętościowych powietrza i 3,78 części 1-metylo-3-fenylo-indanu na godzinę przez katalizator. Temperatura przy ścianach rury wynosi 370°C, temperatura wewnątrz warstwy katalizatora wynosi 420°C. Wychodzącą z reaktora gazową mieszaninę reakcyjną oziębia się do temperatury 50°C, przy czym ulega kondensacji produkt reakcji i nieprzereagowany 1-metylo-3-fenylo-indan. Nieskondensowaną zawartość wymywa się wodą. Pozostałość po odparowaniu wody z przemywania łączy się z kondensatem.

Otrzymuje się następujące wyniki:

produkt wyjściowy 1-metylo-3-fenyl-indan	11,35 części
ilość gazu odpadkowego	315 000 części objętościowych
zawartość tlenku i dwutlenku węgla w gazie odpadkowym	1,70% obję- tościowych
surowy produkt końcowy	10,23 części

W surowym produkcie końcowym oznaczono za pomocą absorpcji w nadfiolecie:

67,2% wagowych antrachinonu	6,9 części
20,4% wagowych bezwodnika kwasu ftalowego	2,09 części
0,1% wagowych nieprzereagowanego produktu wyjściowego o wzorze 1	0,01 części

co odpowiada konwersji 99,9% w stosunku do teoretycznej i 60,6% wydajności teoretycznej antrachinonu, w przeliczeniu na przereagowany produkt wyjściowy.

Przykład VI. 48 części katalizatora, wytworzonego według przykładu III, umieszcza się w reaktorze rurowym (średnica rury 21 mm). Następnie przepuszcza się mieszaninę 100 000 części objętościowych powietrza i 4,83 części 1-metylo-3-fenylo-indanu na godzinę przez katalizator. Temperatura przy ścianie rury wynosi 375°C, temperatura w warstwie katalizatora wynosi 432°C.

Gazową mieszaninę reakcyjną, wychodzącą z re-

aktora oziębia się do temperatury 50°C, przy czym ulegają kondensacji produkt końcowy i nieprzereagowany 1-metylo-3-fenylo-indan. Nieskondensowaną część wymywa się wodą. Pozostałość po odparowaniu wody z przemywania łączy się z kondensatem.

Otrzymuje się następujące wyniki:

produkt wyjściowy 1-metylo-3-fenyl-indan	11,35 części
gaz odpadkowy	315 000 części objętościowych

zawartość tlenku i dwutlenku węgla w gazie odpadkowym	1,70% obję- tościowych
surowy produkt końcowy	10,23 części

W surowym produkcie końcowym oznaczono za pomocą absorpcji w nadfiolecie:

67,2% wagowych antrachinonu	6,9 części
20,4% wagowych bezwodnika kwasu ftalowego	2,08 części
0,1% wagowych nieprzereagowanego produktu wyjściowego o wzorze 1	0,01 części

co odpowiada konwersji 99,9% teorii i 60,6% wydajności teoretycznej antrachinonu, w przeliczeniu na przereagowany produkt wyjściowy.

Przykład VIa. 48 części katalizatora, wytworzonego według przykładu III umieszcza się w reaktorze rurowym (wewnętrzna średnica 21 mm). Następnie przepuszcza się przez katalizator mieszaninę 100 000 części objętościowych powietrza i 4,83 części 1-metylo-3-fenylo-indanu na godzinę. Temperatura przy ścianie wynosi 375°C, temperatura w warstwie katalizatora wynosi 432°C. Mieszaninę reakcyjną, wychodzącą z reaktora oziębia się do temperatury 50°C, przy czym ulegają kondensacji produkt końcowy i nieprzereagowany 1-metylo-3-fenylo-indan. Nieskondensowaną część wymywa się wodą. Pozostałość po odparowaniu wody z przemywania łączy się z kondensatem.

Otrzymuje się następujące wyniki:

produkt wyjściowy 1-metylo-3-fenyl-indan	14,49 części
gaz odpadkowy	300 000 części objętościowych

zawartość tlenku i dwutlenku węgla w gazie odpadkowym	1,95% obję- tościowych
surowy produkt końcowy	12,53 części

W surowym produkcie końcowym oznaczono za pomocą absorpcji w nadfiolecie:

74,3% wagowych antrachinonu	9,31 części
15,6% wagowych bezwodnika kwasu ftalowego	1,95 części
0,1% wagowych nieprzereagowanego produktu wyjściowego o wzorze 1	0,01 części

co odpowiada konwersji 99,9% teorii i 64,3% wydajności teoretycznej antrachinonu w przeliczeniu na przereagowany produkt wyjściowy.

Przykład VII. Wytwarzanie katalizatorów wanadowo-potasowych.

Mieszaninę 16,86 części pięciotlenku wanadu i 0,64 części węglanu potasowego (wielkości ziarna $<200\mu$) natryskuje się za pomocą spryskiwacza płomieniowego na 152,1 części kulek steatytowych o średnicy 3 mm. Następnie spieka się katalizator w temperaturze około 650°C.

Przykład VIII. Katalizator wytwarza się analogicznie jak w przykładzie VII, przy czym natryskuje się mieszaninę 14,48 części pięciotlenku wanadu i 0,023 części węglanu potasowego na 152,1 części steatytu w postaci kulek.

Przykład IX. Katalizator wytwarza się analogicznie jak w przykładzie VII, przy czym natryskuje się mieszaninę 11,06 części pięciotlenku wanadu i 0,088 części węglanu potasowego na 152,1 części steatytu w postaci kulek.

Przykład X. Katalizator wytwarza się analogicznie jak w przykładzie VII, przy czym natryskuje się mieszaninę 8,83 części pięciotlenku wanadu i 0,67 części węglanu potasowego na 152,1 części steatytu w postaci kulek.

Przykład XI. Katalizator wytwarza się analogicznie jak w przykładzie VII, przy czym natryskuje się mieszaninę 11,46 części pięciotlenku wanadu i 1,74 części węglanu potasowego na 152,1 części steatytu w postaci kulek.

Przykład XII. Utlenianie.

80,0 części katalizatora, wytworzonego według przykładu VII umieszcza się w reaktorze rurowym (wewnętrzna średnica 21 mm). Następnie przepuszcza się przez katalizator mieszaninę 100 000 części objętościowych powietrza i 3,99 części 1-metylo-3-fenylo-indanu na godzinę. Temperatura przy ścianie rury wynosi 411°C, temperatura w warstwie katalizatora wynosi 465°C. Gazową mieszaninę reakcyjną wychodzącą z reaktora oziębia się do temperatury 50°C, przy czym produkt końcowy i nieprzereagowany 1-metylo-3-fenylo-indan ulegają kondensacji. Nieskondensowaną część wymywa się wodą. Pozostałość po odparowaniu wody z przemylwania łączy się z kondensatem.

Otrzymuje się następujące wyniki:

produkt wyjściowy 1-metylo-3-fenylo-indan	19,95 części
ilość gazu odpadkowego	500 000 części
	objętościowych
zawartość tlenu i dwutlenku węgla w gazie odpadkowym	2,0% objętościowe
surowy produkt końcowy	17,88 części

W surowym produkcie końcowym oznaczono za pomocą absorpcji w nadfiolecie:

67% wagowych antrachinonu	11,98 części
19% wagowych bezwodnika kwasu ftalowego	3,40 części
0,15% wagowych nieprzereagowanego produktu wyjściowego o wzorze 1	0,03 części
co odpowiada konwersji 99,9% teoretycznej i 60,1%	

wydajności teoretycznej antrachinonu, przeliczonej na przereagowany produkt wyjściowy.

Przykład XIII. 76,0 części katalizatora, wytworzonego według przykładu VIII umieszcza się w reaktorze rurowym (średnica wewnętrzna 21 mm). Następnie przepuszcza się przez katalizator mieszaninę 100 000 części objętościowych powietrza z 4,31 częściami 1-metylo-3-fenylo-indanu na godzinę. Temperatura przy ścianie rury wynosi 408°C, temperatura w warstwie katalizatora wynosi 464°C. Gazową mieszaninę reakcyjną, wychodzącą z reaktora oziębia się do temperatury 50°C, przy czym produkt końcowy i nieprzereagowany 1-metylo-3-fenylo-indan ulegają kondensacji. Nieskondensowaną część wymywa się wodą. Pozostałość po odparowaniu wody z przemylwania łączy się z kondensatem.

Otrzymuje się następujące wyniki:

produkt wyjściowy 1-metylo-3-fenylo-indan	21,56 części
ilość gazu odpadkowego	500 000 części
zawartość tlenu i dwutlenku węgla w gazie odpadkowym	2,25% objętościowych
surowy produkt końcowy	18,88 części

W surowym produkcie końcowym oznaczono za pomocą absorpcji w nadfiolecie:

65% wagowych antrachinonu	12,35 części
24,2% wagowych bezwodnika kwasu ftalowego	4,57 części
0,1% wagowych nieprzereagowanego produktu wyjściowego o wzorze 1	0,018 części

co odpowiada konwersji 99,9% teoretycznej i 57,2% wydajności teoretycznej antrachinonu w przeliczeniu na przereagowany produkt wyjściowy.

Przykład XIV. 76,0 części katalizatora, wytworzonego według przykładu IX umieszcza się w reaktorze rurowym (wewnętrzna średnica 21 mm). Następnie przepuszcza się przez katalizator mieszaninę 100 000 części objętościowych powietrza i 4,03 części 1-metylo-3-fenylo-indanu na godzinę. Temperatura przy ścianie rury wynosi 416°C, temperatura w warstwie katalizatora wynosi 474°C.

Gazową mieszaninę reakcyjną, wychodzącą z reaktora oziębia się do temperatury 50°C, przy czym produkt końcowy i nieprzereagowany 1-metylo-3-fenylo-indan ulegają kondensacji. Nieskondensowaną część wymywa się wodą. Po odparowaniu wody z przemylwania, łączy się pozostałość z kondensatem.

Uzyskano następujące wyniki:

produkt wyjściowy 1-metylo-3-fenylo-indan	20,13 części
ilość gazu odpadkowego	500 000 części
	objętościowych
zawartość tlenu i dwutlenku węgla w gazie odpadkowym	1,80% objętościowych
surowy produkt końcowy	17,89 części

W surowym produkcie końcowym oznaczono za pomocą absorpcji w nadfiolecie:

67% wagowych antrachinonu 11,99 części
19% wagowych bezwodnika kwasu ftalowego 3,40 części

0,06% wagowych nieprzereagowanego produktu wyjściowego o wzorze 1 0,011 części

co odpowiada konwersji 99,9% teorii i 59,5% wydajności teoretycznej antrachinonu, w przeliczeniu na przereagowany produkt wyjściowy.

Przykład XV. 83,0 części katalizatora, wytworzonego według przykładu X, umieszcza się w reaktorze rurowym (wewnętrzna średnica 21 mm). Następnie przepuszcza się przez katalizator mieszaninę 100 000 części objętościowych powietrza i 3,99 części 1-metylo-3-fenilo-indanu na godzinę. Temperatura przy ścianie rury wynosi 417°C, temperatura w warstwie katalizatora wynosi 452°C.

Gazową mieszaninę reakcyjną, wychodzącą z reaktora oziębia się do temperatury 50°C, przy czym produkt końcowy i nieprzereagowany 1-metylo-3-fenilo-indan ulegają kondensacji. Nieskondensowaną część wymywa się wodą. Po odparowaniu wody z przemywania, łączy się pozostałość z kondensatem.

Otrzymuje się następujące wyniki:

produkt wyjściowy 1-metylo-3-fenilo-indan: 19,95 części
ilość gazu odpadkowego 500 000 części objętościowych
zawartość tlenu i dwutlenku węgla w gazie odpadkowym 1,94% objętościowych
surowy produkt końcowy 17,83 części

W surowym produkcie końcowym oznaczono za pomocą absorpcji w nadfiolecie:

67% wagowych antrachinonu 10,17 części
18% wagowych bezwodnika kwasu ftalowego 3,21 części
0,48% wagowych nieprzereagowanego produktu wyjściowego 0,086 części

co odpowiada konwersji 99,6% teoretycznej i 50,9% wydajności teoretycznej antrachinonu, w przeliczeniu na przereagowany produkt wyjściowy.

Przykład XVI. 78,0 części katalizatora, wytworzonego według przykładu XI, umieszcza się w reaktorze rurowym (wewnętrzna średnica 21 mm). Następnie przepuszcza się przez katalizator mieszaninę 100 000 części objętościowych powietrza i 3,68 części 1-metylo-3-fenilo-indanu na godzinę. Temperatura przy ścianie rury wynosi 426°C, temperatura w warstwie katalizatora wynosi 450°C. Gazową mieszaninę reakcyjną, wychodzącą z reaktora oziębia się do temperatury 50°C, przy czym produkt końcowy i nieprzereagowany 1-metylo-3-fenilo-indan ulegają kondensacji. Nieskondensowaną część wymywa się wodą. Po odparowaniu wody z przemywania łączy się pozostałość z kondensatem.

Otrzymuje się następujące wyniki:

produkt wyjściowy 1-metylo-3-fenilo-indan 18,40 części

ilość gazu odpadkowego 500 000 części objętościowych
zawartość tlenu i dwutlenku węgla 1,48% objętościowych
surowy produkt końcowy 15,69 części

W surowym produkcie końcowym oznaczono za pomocą absorpcji w nadfiolecie:

60,8% wagowych antrachinonu 9,54 części
18% wagowych bezwodnika kwasu ftalowego 2,82 części
0,40% wagowych nieprzereagowanego produktu wyjściowego o wzorze 1 0,063 części

co odpowiada konwersji 99,7% teoretycznej i 51,8% wydajności teoretycznej antrachinonu w przeliczeniu na przereagowany produkt wyjściowy.

Przykład XVII. Wytwarzanie katalizatora wanadowo-borowego

Mieszaninę 17,57 części pięciotlenku wanadu i 0,93 części tlenu boru (wielkość ziarna <200 μ) spryskuje się za pomocą przyrządu do spryskiwania płomieniowego 152,1 części steatyty w postaci kulek o średnicy 3 mm. Następnie spieka się katalizator w temperaturze ok. 650°C.

Przykład XVIII. Utlenianie

78,0 części katalizatora, wytworzonego według przykładu XVII umieszcza się w reaktorze rurowym (wewnętrzna średnica 21 mm). Następnie przepuszcza się przez katalizator mieszaninę 100 000 części objętościowych powietrza i 3,68 części 1-metylo-3-fenilo-indanu na godzinę. Temperatura przy ścianie rury wynosi 430°C, temperatura w warstwie katalizatora wynosi 470°C. Gazową mieszaninę reakcyjną, wychodzącą z reaktora oziębia się do temperatury 50°C, przy czym nieprzereagowany 1-metylo-3-fenilo-indan i produkt końcowy ulegają kondensacji. Nieskondensowaną część wymywa się wodą. Po odparowaniu wody z przemywania, łączy się pozostałość z kondensatem.

Otrzymuje się następujące wyniki:

produkt wyjściowy 1-metylo-3-fenilo-indan 18,40 części
ilość gazu odpadkowego 500 000 części objętościowych
zawartość tlenu i dwutlenku węgla w gazie odpadkowym 1,80% objętościowych
surowy produkt końcowy 15,94 części

W surowym produkcie końcowym oznaczono za pomocą absorpcji w nadfiolecie:

65,7% wagowych antrachinonu 10,40 części
23% wagowych bezwodnika kwasu ftalowego 3,67 części
<0,03% wagowych nieprzereagowanego produktu wyjściowego o wzorze 1 <0,005 części

co odpowiada praktycznie ilościowej konwersji i 56,9% wydajności teoretycznej antrachinonu, w przeliczeniu na przereagowany produkt wyjściowy.

Przykład XIX. Wytwarzanie katalizatorów wanadowo-ftalowych

Mieszaninę 13,60 części pięciotlenku wanadu i 1,10 części azotanu talu ($TiNO_3$, o wielkości ziarna $<200 \mu$) natryskuje się za pomocą przyrządu do spryskiwania płomieniowego 152,1 części steatyty w postaci kulek o średnicy 3 mm. Następnie spieka się katalizator w temperaturze około $650^\circ C$.

Przykład XX. Katalizator wytwarza się analogicznie do przykładu XIX, przy czym natryskuje się mieszaninę 13,13 części pięciotlenku wanadu i 0,066 części azotanu talu na 152,1 części steatyty w postaci kulek.

Przykład XXI. Katalizator wytwarza się analogicznie do przykładu XIX, przy czym natryskuje się mieszaninę 15,84 części pięciotlenku wanadu i 0,16 części azotanu talu na 152,1 części steatyty w postaci kulek.

Przykład XXII. Katalizator wytwarza się analogicznie do przykładu XIX, przy czym natryskuje się mieszaninę 14,96 części pięciotlenku wanadu i 3,74 części azotanu talu na 152,1 części steatyty w postaci kulek.

Przykład XXIII. Utlenianie.

79,0 części katalizatora, wytworzonego według przykładu XIX umieszcza się w reaktorze rurowym (wewnętrzna średnica 21 mm). Następnie przepuszcza się przez katalizator mieszaninę 100 000 części objętościowych powietrza i 3,73 części 1-metylo-3-fenyl-indanu na godzinę. Temperatura przy ścianie rury wynosi $410^\circ C$, temperatura w warstwie katalizatora wynosi $460^\circ C$. Gazową mieszaninę reakcyjną, wychodzącą z reaktora oziębia się do temperatury $50^\circ C$, przy czym produkt końcowy i nieprzereagowany 1-metylo-3-fenyl-indan ulegają kondensacji. Nieskondensowaną część wymywa się wodą. Po odparowaniu wody z przemywania łączy się pozostałość z kondensatem.

Otrzymuje się następujące wyniki:

produkt wyjściowy 1-metylo-3-fenyl-indan	18,66 części
ilość gazu odpadkowego	500 000 części objętościowych
zawartość tlenku i dwutlenku węgla w gazie odpadkowym	1,31% objętościowych
surowy produkt końcowy	17,56 części

W surowym produkcie końcowym oznaczono za pomocą absorpcji w nadfiolecie:

68,7% wagowych antrachinonu	12,07 części
13% wagowych bezwodnika ftalowego	2,28 części
$<0,03\%$ wagowych nieprzereagowanego produktu wyjściowego	$<0,005$ części

co odpowiada prawie ilościowej konwersji i 64,6% wydajności teoretycznej antrachinonu w przeliczeniu na przereagowany produkt wyjściowy.

Przykład XXIV. 82,0 części katalizatora, wytworzonego według przykładu XX, umieszcza się w reaktorze rurowym (o wewnętrznej średnicy 21 mm). Następnie przepuszcza się mieszaninę

100 000 części objętościowych powietrza i 3,89 części 1-metylo-3-fenyl-indanu na godzinę przez katalizator. Temperatura przy ścianie rury wynosi $407^\circ C$, temperatura wewnątrz warstwy katalizatora $454^\circ C$. Gazową mieszaninę reakcyjną, wychodzącą z reaktora, oziębia się do temperatury $50^\circ C$, przy czym kondensują się produkt końcowy i nieprzereagowany 3-fenyl-indan. Część nieskondensowaną wymywa się wodą. Po odparowaniu wody z przemywania, łączy się otrzymaną pozostałość z kondensatem.

Uzyskuje się następujące wyniki:

Produkt wyjściowy 1-metylo-3-fenyl-indan	19,43 części
ilość gazu odpadkowego	500 000 części objętościowych
zawartość tlenku i dwutlenku węgla w gazie odpadkowym	2% objętościowych
surowy produkt końcowy:	17,45 części

W surowym produkcie końcowym oznaczono za pomocą absorpcji w nadfiolecie:

66,0% wagowych antrachinonu	11,52 części
18% wagowych bezwodnika kwasu ftalowego	3,14 części
$<0,03\%$ wagowych nieprzereagowanego produktu wyjściowego o wzorze 1	$<0,005$ części

co odpowiada prawie ilościowej konwersji i 59,2% wydajności teoretycznej antrachinonu, w przeliczeniu na przereagowany produkt wyjściowy.

Przykład XXV. 78,0 części katalizatora, wytworzonego według przykładu XXI, umieszcza się w reaktorze rurowym (wewnętrzna średnica rury 21 mm). Następnie przez katalizator przepuszcza się mieszaninę 100 000 części objętościowych powietrza i 3,85 części 1-metylo-3-fenyl-indanu na godzinę. Temperatura przy ścianie rury wynosi $406^\circ C$, temperatura wewnątrz warstwy katalizatora wynosi $462^\circ C$. Wychodzącą z katalizatora gazową mieszaninę oziębia się do temperatury $50^\circ C$, przy czym ulegają kondensacji produkt końcowy i nieprzereagowany 1-metylo-3-fenyl-indan.

Nieskondensowaną część wymywa się wodą. Po odparowaniu wody z przemywania łączy się pozostałość z kondensatem.

Uzyskano następujące wyniki:

produkt wyjściowy 1-metylo-3-fenyl-indan	19,23 części
ilość gazu odpadkowego	500 000 części objętościowych
zawartość tlenku i dwutlenku węgla w gazie odpadkowym	1,5% objętościowych
surowy produkt końcowy:	16,68 części

W surowym produkcie końcowym oznaczono za pomocą absorpcji w nadfiolecie:

71,9% wagowych antrachinonu	11,99 części
15,6% wagowych bezwodnika kwasu ftalowego	2,60 części
<0,03% wagowych nieprzereagowanego produktu wyjściowego o wzorze 1	<0,005 części

co odpowiada prawie ilościowej konwersji i 62,4% wydajności teoretycznej antrachinonu, w przeliczeniu na przereagowany produkt wyjściowy.

Przykład XXVI. 89,0 części katalizatora, wytworzonego według przykładu XXII, umieszcza się w reaktorze rurowym (wewnętrzna średnica 21 mm). Następnie przez katalizator przepuszcza się mieszaninę 100 000 części objętościowych powietrza i 3,69 części 1-metylo-3-fenyl-indanu na godzinę. Temperatura przy ścianie rury wynosi 408°C, temperatura we wnętrzu warstwy katalizatora wynosi 455°C. Gazową mieszaninę reakcyjną, wychodzącą z reaktora oziębia się do temperatury 50°C, przy czym ulegają kondensacji produkt końcowy i nieprzereagowany 1-metylo-3-fenyl-indan. Nieskondensowaną część wymywa się wodą. Po odparowaniu wody z przemywania, pozostałość łączy się z kondensatem.

Uzyskano następujące wyniki:

produkt wyjściowy 1-metylo-3-fenyl-indan	18,45 części
ilość gazu odpadkowego	500 000 części objętościowych
zawartość tlenu i dwutlenku węgla w gazie odpadkowym	1,33% objętościowych
surowy produkt końcowy:	16,68 części

W surowym produkcie końcowym oznaczono za pomocą absorpcji w nadfiolecie:

67,0% wagowych antrachinonu	11,18 części
13% wagowych bezwodnika kwasu ftalowego	2,17 części
<0,03% wagowych nieprzereagowanego produktu wyjściowego o wzorze 1	<0,005 części

co odpowiada prawie ilościowej konwersji i 60,6% wydajności teoretycznej antrachinonu, w przeliczeniu na przereagowany produkt wyjściowy.

Przykład XXVII. Analogicznie do przykładu IV przepuszcza się nad 48 częściami katalizatora, wytworzonego według przykładu II, mieszaninę 99 000 części objętościowych powietrza i 4,06 części 3-fenyl-1,3-dwumetylo-indanu na godzinę. Temperatura przy ścianie rury wynosi 385°C, temperatura wewnątrz warstwy katalizatora wynosi 438°C. Po przerobieniu mieszaniny reakcyjnej, wychodzącej z reaktora, analogicznie do przykładu IV, uzyskuje się następujące wyniki:

produkt wyjściowy 3-fenyl-1,3-dwumetylo-indan	12,18 części
ilość gazu odpadkowego:	297 000 części objętościowych

zawartości tlenu i dwutlenku węgla w gazie odpadkowym:	2,8% objętościowych
surowy produkt końcowy:	8,3 części

W surowym produkcie końcowym oznaczono za pomocą absorpcji w nadfiolecie:

56,2% wagowych antrachinonu	4,66 części
23% wagowych bezwodnika kwasu ftalowego	1,91 części

co odpowiada 38,3% wydajności teoretycznej antrachinonu w przeliczeniu na ilość użytego produktu wyjściowego.

Przykład XVIII. Wytwarzanie katalizatorów wanadowo-antymonowych

100 części sproszkowanego pięciotlenku wanadu i roztwór 7,85 części tróchlorku antymonu w 0,5 częściach stężonego kwasu solnego miesza się tak, aby powstała jednorodna mieszanina, następnie zobojętnia stężonym roztworem amoniaku i odparowuje do sucha. Z kolei odparowuje się z stężonym kwasem azotowym, celem usunięcia amoniaku w postaci azotanu amonowego. Po odparowaniu wytworzoną masę topi się i proszkuje. 10,0 części sproszkowanej masy nanosi się za pomocą spryskiwacza płomieniowego na 90 części węgliku krzemu w postaci kulek o średnicy 4 do 6 mm.

Przykład XXIX. Utlenianie.

48 części katalizatora, wytworzonego według przykładu VIII umieszcza się w reaktorze rurowym (średnica wewnętrzna 21 mm).

Następnie przepuszcza się przez katalizator mieszaninę 147 000 części objętościowych powietrza i 5,6 części 1-metylo-3-fenyl-indanu na godzinę. Temperatura przy ścianie rury wynosi 375°C temperatura wewnątrz warstwy katalizatora 424°C. Gazową mieszaninę wychodzącą z reaktora oziębia się do temperatury 50°C, przy czym ulega kondensacji produkt końcowy i nieprzereagowany 1-metylo-3-fenyl-indan. Nieskondensowaną część wymywa się wodą. Pozostałość po odparowaniu wody z przemywania łączy się z kondensatem.

Uzyskuje się następujące wyniki:

produkt wyjściowy 1-metylo-3-fenyl-indan	9,8 części
ilość gazu odpadkowego:	264 000 części objętościowych
zawartość tlenu i dwutlenku węgla w gazie odpadkowym:	2,2% objętościowego
surowy produkt końcowy:	7,8 części

W surowym produkcie końcowym oznaczono za pomocą absorpcji w nadfiolecie:

69% wagowych antrachinonu	5,38 części
20% wagowych bezwodnika kwasu ftalowego	1,56 części

co odpowiada 55% wydajności teoretycznej antrachinonu, w przeliczeniu na użyty produkt wyjściowy.

Przykład XXX. 48 części katalizatora, wytworzonego według przykładu XXVIII, umieszcza się w reaktorze rurowym (wewnętrzna średnica 21 mm). Następnie przepuszcza się przez katalizator 109 000 części objętościowych powietrza o 5,1 części 1-keto-3-fenylindanu na godzinę. Temperatura przy ścianie rury wynosi 418°C, temperatura wewnątrz warstwy katalizatora wynosi 445°C. Gazową mieszaninę reakcyjną, wychodzącą z reaktora oziębia się do temperatury 50°C, przy czym ulegają kondensacji nieprzereagowany 1-keto-3-fenylindan i produkt końcowy. Nieskondensowaną część wymywa się wodą. Pozostałość po odparowaniu wody łączy się z kondensatem.

Uzyskuje się następujące wyniki:

produkt wyjściowy 1-keto-3-fenylindan:	10,2 części
ilość gazu odpadkowego:	218 000 części objętościowe
zawartość tlenku i dwutlenku węgla w gazie odpadkowym:	2,8% objętościowych
surowy produkt końcowy:	8,1% części

W surowym produkcie końcowym oznaczono za pomocą absorpcji w nadfiolecie:

50,4% wagowych antrachinonu	4,08 części
25% wagowych bezwodnika kwasu ftalowego	2,02 części

co odpowiada 40% wydajności teoretycznej antrachinonu, w przeliczeniu na użyty produkt wyjściowy.

Przykład XXXI. 48 części katalizatora, wytworzonego według przykładu XXVIII umieszcza się w reaktorze rurowym (średnica wewnętrzna rury 21 mm). Następnie przepuszcza się przez katalizator mieszaninę 148 000 części objętościowych powietrza i 5,5 części 1-fenyl-naftalenu na godzinę. Temperatura przy ścianie rury wynosi 400°C, temperatura wewnątrz warstwy katalizatora wynosi 450°C. Gazową mieszaninę reakcyjną, wychodzącą z reaktora oziębia się do temperatury 50°C, przy czym produkt końcowy i nieprzereagowany 1-fenyl-naftalen ulegają kondensacji. Nieskondensowaną część wymywa się wodą. Pozostałość po odparowaniu wody z przemycania łączy się z kondensatem.

Uzyskuje się następujące wyniki:

produkt wyjściowy 1-fenyl-naftalen:	11 części
ilość gazu odpadkowego:	296 000 części objętościowych
zawartość tlenku i dwutlenku węgla w gazie odpadkowym:	3,8% objętościowych
surowy produkt końcowy:	7,8 części

W surowym produkcie końcowym oznaczono za pomocą absorpcji w nadfiolecie:

40% wagowych antrachinonu	2,8 części
31% wagowych bezwodnika kwasu ftalowego	2,17 części

co odpowiada 25% wydajności teoretycznej antrachinonu, w przeliczeniu na użyty produkt wyjściowy.

Przykład XXXII. Wytwarzanie katalizatorów wanadowo-cezowych

Mieszaninę 15,37 części pięciotlenku wanadu i 0,031 części azotanu cezu (wielkość ziarna <200 μ) natryskuje się za pomocą urządzenia do natryskiwania płomieniowego na 91,7 części węgliku krzemu w postaci kulek o średnicy 4 do 6 mm.

Przykład XXXIII. Katalizator wytwarza się analogicznie do przykładu XXXII, przy czym natryskuje się mieszaniną 17,51 części pięciotlenku wanadu i 0,088 części azotanu cezu 91,7 części węgliku krzemu w postaci kulek.

Przykład XXXIV. Katalizator wytwarza się analogicznie do przykładu XXXII, natryskując na 91,7 części węgliku krzemu w postaci kulek mieszaninę 18,04 części pięciotlenku wanadu i 0,46 części azotanu cezu.

Przykład XXXV. Katalizator, wytworzony analogicznie do przykładu XXXIV kalcynuje się przez 15 godzin w temperaturze 500°C.

Przykład XXXVI. Katalizator, wytworzony analogicznie do przykładu XXXV kalcynuje się przez 15 godzin w temperaturze 600°C.

Przykład XXXVII. Katalizator wytwarza się analogicznie do przykładu XXXII, przy czym na 91,7 części węgliku krzemu w postaci kulek natryskuje się mieszaninę 17,67 części pięciotlenku wanadu i 0,93 części azotanu cezu.

Przykład XXXVIII. Katalizator wytwarza się analogicznie do przykładu XXXII, przy czym na 91,7 części węgliku krzemu w postaci kulek natryskuje się mieszaninę 16,93 części pięciotlenku wanadu i 1,37 części azotanu cezu.

Przykład XXXIX. Katalizator wytwarza się analogicznie do przykładu XXXII, przy czym 91,7 części węgliku krzemu w postaci kulek natryskuje się mieszaninę 17,54 części pięciotlenku wanadu i 1,96 części azotanu cezu.

Przykład XL. Katalizator wytwarza się analogicznie do przykładu XXXII, przy czym na 91,7 części węgliku krzemu w postaci kulek natryskuje się 17,60 części pięciotlenku wanadu i 4,40 części azotanu cezu.

Przykład XLI. Utlenianie.

44,1 części katalizatora, wytworzonego według przykładu XXXII umieszcza się w reaktorze rurowym (wewnętrzna średnica 21 mm). Następnie przez katalizator przepuszcza się mieszaninę 100 000 części objętościowych powietrza i 3,90 części 1-metylo-3-fenylindanu na godzinę. Temperatura przy ścianie rury wynosi 420°C, temperatura wewnątrz warstwy katalizatora wynosi 442°C. Gazową mieszaninę wychodzącą z reaktora oziębia się do temperatury 50°C, przy czym produkt końcowy i nieprzereagowany 1-metylo-3-fenylindan ulegają kondensacji. Nieskondensowaną część wymywa się wodą. Pozostałość po odparowaniu wody z przemycania łączy się z kondensatem.

Uzyskuje się następujące wyniki:

produkt wyjściowy 1-metylo-3-fenyloindan	19,49 części
ilość gazu odpadkowego	500 000 części objętościowych

zawartość tlenu i dwutlenku węgla w gazie odpadkowym	1,92% objętościowych
surowy produkt końcowy	17,75 części

W surowym produkcie końcowym oznaczono za pomocą absorpcji w nadfiolecie:

61,5% wagowych antrachinonu	10,91 części
21% wagowych bezwodnika kwasu ftalowego	3,73 części
3,1% wagowych nieprzereagowanego produktu wyjściowego 1	0,55 części

co odpowiada 97,2% konwersji teoretycznej i 57,6% wydajności teoretycznej antrachinonu w przeliczeniu na przereagowany produkt wyjściowy.

Przykład XLII. 48,4 części katalizatora, wytworzonego według przykładu XXXIII, umieszcza się w reaktorze rurowym (wewnętrzna średnica 21 mm). Następnie przepuszcza się przez katalizator mieszaninę 100 000 części objętościowych powietrza i 3,80 części 1-metylo-3-fenyloindanu na godzinę. Temperatura przy ścianie rury wynosi 425°C, temperatura wewnątrz warstwy katalizatora wynosi 451°C. Gazową mieszaninę, wychodzącą z reaktora oziębia się do temperatury 50°C, przy czym produkt końcowy i nieprzereagowany 1-metylo-3-fenyloindan ulegają kondensacji. Nieskondensowaną część wymywa się wodą. Pozostałość po odparowaniu wody z przemywania łączy się z kondensatem.

Uzyskuje się następujące wyniki:

produkt wyjściowy 1-metylo-3-fenyloindan	18,98 części
ilość gazu odpadkowego	500 000 części objętościowych

zawartość tlenu i dwutlenku węgla w gazie odpadkowym	1,60% objętościowych
surowy produkt końcowy	17,05 części

W surowym produkcie końcowym oznaczono za pomocą absorpcji w nadfiolecie:

63,9 części wagowych antrachinonu	10,90 części
16,2% wagowych bezwodnika kwasu ftalowego	2,76 części
0,16% wagowych nieprzereagowanego produktu wyjściowego 1	0,027 części

co odpowiada 97,2% konwersji teoretycznej i 57,6% wydajności teoretycznej antrachinonu, w przeliczeniu na przereagowany produkt wyjściowy.

Przykład XLIII. 48,1 części katalizatora, wytworzonego według przykładu XXXIV, umieszcza się w reaktorze rurowym (wewnętrzna średnica 21 mm). Następnie przepuszcza się przez katalizator mieszaninę 100 000 części powietrza i 3,74 części 1-metylo-3-fenyloindanu na godzinę. Temperatura

przy ścianie rury wynosi 435°C, temperatura wewnątrz warstwy katalizatora wynosi 452°C. Gazową mieszaninę reakcyjną, wychodzącą z reaktora oziębia się do temperatury 50°C, przy czym produkt końcowy i nieprzereagowany 1-metylo-3-fenyloindan ulegają kondensacji. Nieskondensowaną część wymywa się wodą. Pozostałość po odparowaniu wody z przemywania łączy się z kondensatem.

Uzyskuje się następujące wyniki:

produkt wyjściowy 1-metylo-3-fenyloindan	18,68 części
ilość gazu odpadkowego	500 000 części objętościowych

zawartość tlenu i dwutlenku węgla w gazie odpadkowym	1,60% objętościowych
surowy produkt końcowy	16,40 części

W surowym produkcie końcowym oznaczono za pomocą absorpcji w nadfiolecie:

60,6% wagowych antrachinonu	9,94 części
7,6% wagowych bezwodnika kwasu ftalowego	1,25 części
8,4% wagowych nieprzereagowanego produktu wyjściowego o wzorze 1	1,38 części

co odpowiada 92,6% konwersji teoretycznej i 57,4% wydajności teoretycznej antrachinonu, w przeliczeniu na przereagowany produkt wyjściowy.

Przykład XLIV. 45,85 części katalizatora, wytworzonego według przykładu XXXV, umieszcza się w reaktorze rurowym (średnica wewnętrzna 21 mm). Następnie przepuszcza się przez katalizator mieszaninę 100 000 części objętościowych powietrza i 3,86 części 1-metylo-3-fenyloindanu na godzinę. Temperatura przy ścianie rury wynosi 445°C, temperatura wewnątrz warstwy katalizatora wynosi 466°C. Gazową mieszaninę reakcyjną, wychodzącą z reaktora oziębia się do temperatury 50°C, przy czym produkt końcowy i nieprzereagowany 1-metylo-3-fenyloindan ulegają kondensacji.

Nieskondensowaną część wymywa się wodą. Pozostałość po odparowaniu wody z przemywania łączy się z kondensatem.

Uzyskuje się następujące wyniki:

produkt wyjściowy 1-metylo-3-fenyloindan:	19,29 części
ilość gazu odpadkowego:	500 000 części objętościowych

zawartość tlenu i dwutlenku węgla w gazie odpadkowym:	1,45% objętościowych
surowy produkt końcowy:	18,25 części

W surowym produkcie końcowym oznaczono za pomocą absorpcji w nadfiolecie:

65,1% wagowych antrachinonu	11,88 części
12% wagowych bezwodnika kwasu ftalowego	2,19 części
2,5% wagowych produktu wyjściowego o wzorze 1	0,46 części

co odpowiada 97,6% konwersji teoretycznej i 63,1% wydajności teoretycznej antrachinonu w przeliczeniu na przereagowany produkt wyjściowy.

Przykład XLV. 45,85 części katalizatora, wytworzonego według przykładu XXXVI, umieszcza się w reaktorze rurowym (średnica wewnętrzna 21 mm). Następnie przepuszcza się przez reaktor mieszaninę 100 000 części objętościowych powietrza i 3,88 części 1-metylo-3-fenylindanu na godzinę. Temperatura przy ścianie rury wynosi 440°C, temperatura wewnątrz warstwy katalizatora wynosi 462°C. Gazową mieszaninę reakcyjną, wychodzącą z reaktora oziębia się do temperatury 50°C, przy czym produkt końcowy i nieprzereagowany 1-metylo-3-fenylindan ulegają kondensacji. Nieskondensowaną część wymywa się wodą. Pozostałość po odparowaniu wody z przemywania, łączy się z kondensatem.

Uzyskuje się następujące wyniki:

produkt wyjściowy 1-metylo-3-fenylindan:	19,39 części
ilość gazu odpadkowego:	500 000 części objętościowych
zawartość tlenku i dwutlenku węgla w gazie odpadkowym:	1,65% objętościowych
surowy produkt końcowy:	18,65 części

W surowym produkcie końcowym oznaczono za pomocą absorpcji w nadfiolecie:

67,6% wagowych antrachinonu	12,61 części
10% wagowych bezwodnika kwasu ftalowego	1,87 części
0,15% wagowych nieprzereagowanego produktu wyjściowego o wzorze 1	0,03 części

co odpowiada 99,9% konwersji teoretycznej i 65,1% wydajności teoretycznej antrachinonu w przeliczeniu na przereagowany produkt wyjściowy.

Przykład XLVI. 47,3 części katalizatora, wytworzonego według przykładu XXXVII, umieszcza się w reaktorze rurowym (średnica wewnętrzna 21 mm). Następnie przepuszcza się przez katalizator mieszaninę 100 000 części objętościowych powietrza i 3,82 części 1-metylo-3-fenylindanu na godzinę. Temperatura przy ścianie rury wynosi 437°C, temperatura wewnątrz warstwy katalizatora wynosi 452°C. Gazową mieszaninę reakcyjną, wychodzącą z reaktora oziębia się do temperatury 50°C, przy czym produkt końcowy i nieprzereagowany 1-metylo-3-fenylindan ulegają kondensacji. Nieskondensowaną część wymywa się wodą. Pozostałość po odparowaniu wody z przemywania łączy się z kondensatem.

Uzyskuje się następujące wyniki:

produkt wyjściowy 1-metylo-3-fenylindan:	19,08 części
ilość gazu odpadkowego:	500 000 części objętościowych

zawartość tlenku i dwutlenku węgla w gazie odpadkowym:	1,65% objętościowych
surowy produkt końcowy:	17,70 części

W surowym produkcie końcowym oznaczono za pomocą absorpcji w nadfiolecie:

65,5% wagowych antrachinonu	11,60 części
17% wagowych bezwodnika kwasu ftalowego	3,01 części
0,27% wagowych nieprzereagowanego produktu wyjściowego o wzorze 1	0,046 części

co odpowiada 99,8% teoretycznej konwersji i 61,0% wydajności teoretycznej antrachinonu, w przeliczeniu na przereagowany produkt wyjściowy.

Przykład XLVII. 46,1 części katalizatora, wytworzonego według przykładu XXXVIII, umieszcza się w reaktorze rurowym (wewnętrzna średnica 21 mm). Następnie przepuszcza się przez reaktor mieszaninę 100 000 części objętościowych powietrza i 3,92 części 1-metylo-3-fenylindanu na godzinę. Temperatura przy ścianie rury wynosi 435°C, temperatura wewnątrz warstwy katalizatora wynosi 458°C.

Gazową mieszaninę reakcyjną, wychodzącą z reaktora oziębia się do temperatury 50°C, przy czym produkt końcowy i nieprzereagowany 1-metylo-3-fenylindan ulegają kondensacji. Nieskondensowaną część wymywa się wodą. Pozostałość po odparowaniu wody z przemywania łączy się z kondensatem.

Uzyskuje się następujące wyniki:

produkt wyjściowy 1-metylo-3-fenylindan:	19,59 części
ilość gazu odpadkowego:	500 000 części objętościowych
zawartość tlenku i dwutlenku węgla w gazie odpadkowym:	1,15% objętościowych
surowy produkt końcowy:	18,45 części

W surowym produkcie końcowym oznaczono za pomocą absorpcji w nadfiolecie:

65% wagowych antrachinonu	11,99 części
14% wagowych bezwodnika kwasu ftalowego	2,58 części
0,76% wagowych nieprzereagowanego produktu wyjściowego o wzorze 1	0,14 części

co odpowiada 99,3% konwersji teoretycznej i 61,7% wydajności teoretycznej antrachinonu, w przeliczeniu na przereagowany produkt końcowy.

Przykład XLVIII. 43,9% katalizatora, wytworzonego według przykładu XXXIX umieszcza się w reaktorze rurowym (wewnętrzna średnica 21 mm). Następnie przepuszcza się przez katalizator mieszaninę 100 000 części powietrza i 3,88 części 1-metylo-3-fenylindanu na godzinę. Temperatura przy ścianie rury wynosi 430°C — temperatura wewnątrz warstwy katalizatora wynosi 455°C.

Gazową mieszaninę reakcyjną, wychodzącą z reaktora oziębia się do temperatury 50°C, przy czym

produkt końcowy i nieprzereagowany 1-metylo-3-fenylindan ulegają kondensacji. Nieskondensowaną część wymywa się wodą. Pozostałość po odparowaniu wody z przemywania, łączy się z kondensatem.

Uzyskuje się następujące wyniki:

produkt wyjściowy 1-metylo-3-fenylindan	10,39 części
ilość gazu odpadkowego:	500 000 części objętościowych
zawartość tlenu i dwutlenku węgla w gazie odpadkowym:	1,55% objętościowych
surowy produkt końcowy:	17,20 części

W surowym produkcie końcowym oznaczono za pomocą absorpcji w nadfiolecie:

66,7% wagowych antrachinonu	11,47 części
13% wagowych bezwodnika kwasu ftalowego	2,24 części
0,15% wagowych nieprzereagowanego produktu wyjściowego o wzorze 1	0,026 części

co odpowiada 99,9% konwersji teoretycznej i 59,3% wydajności teoretycznej antrachinonu, w przeliczeniu na przereagowany produkt wyjściowy.

Przykład XLIX. 46,1 części katalizatora, wytworzonego według przykładu XL umieszcza się w reaktorze rurowym (wewnętrzna średnica 21 mm). Następnie przepuszcza się przez katalizator mieszaninę 100 000 części objętościowych powietrza i 3,70 części 1-metylo-3-fenylindanu na godzinę. Temperatura przy ścianie rury wynosi 430°C, temperatura wewnątrz warstwy katalizatora wynosi 450°C. Gazową mieszaninę reakcyjną, wychodzącą z reaktora oziębia się do temperatury 50°C, przy czym produkt końcowy i nieprzereagowany 1-metylo-3-fenylindan ulegają kondensacji. Nieskondensowaną część wymywa się wodą. Pozostałość po odparowaniu wody z przemywania łączy się z kondensatem.

Uzyskuje się następujące wyniki:

produkt wyjściowy 1-metylo-3-fenylindan:	18,48 części
ilość gazu odpadkowego:	500 000 części objętościowych
zawartość tlenu i dwutlenku węgla w gazie odpadkowym:	1,65% objętościowych

surowy produkt końcowy: 15,40 części

W surowym produkcie końcowym oznaczono za pomocą widma w nadfiolecie:

5 60,4% wagowych antrachinonu	9,30 części
8,8% wagowych bezwodnika kwasu ftalowego	1,35 części
6,8% wagowych nieprzereagowanego produktu wyjściowego o wzorze 1	1,05 części

co odpowiada 94,3% teoretycznej konwersji i 53,3% wydajności teoretycznej antrachinonu w przeliczeniu na przereagowany produkt wyjściowy.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania antrachinonu przez utlenianie tlenem w fazie gazowej w obecności katalizatora indanów o wzorze ogólnym 1, w którym R_1 , R_2 i R_3 oznaczają jednakowe lub różne rodniki alkilowe, a ponadto każde z R_1 i/lub z R_2 może oznaczać atom wodoru, według patentu nr 79145 **znamienny tym**, że indan o wzorze ogólnym 1, w którym wszystkie symbole mają wyżej podane znaczenie, poddaje się utlenianiu w obecności wanadu pięciowartościowego oraz dodatkowo w obecności związków potasu, boru, talu i/lub antymonu.
2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że reakcję prowadzi się w obecności katalizatorów zawierających pięciotlenek wanadu, które wytwarza się na nośnikach w postaci kulek, stosując natrysk płomieniowy lub plazmowy.
3. Sposób wytwarzania antrachinonu przez utlenianie tlenem w fazie gazowej w obecności katalizatora indanów o wzorze ogólnym 1, w którym R_1 , R_2 i R_3 oznaczają jednakowe lub różne rodniki alkilowe, a ponadto każde z R_1 i/lub z R_2 może oznaczać atom wodoru, według patentu nr 79145, **znamienny tym**, że indan o wzorze ogólnym 1, w którym wszystkie symbole mają wyżej podane znaczenie poddaje się utlenianiu w obecności wanadu pięciowartościowego oraz dodatkowo w obecności związków cezu.
4. Sposób według zastrz. 3, **znamienny tym**, że reakcję prowadzi się w obecności katalizatorów zawierających pięciotlenek wanadu, które wytwarza się na nośnikach w postaci kulek, stosując natrysk płomieniowy lub plazmowy.

