

C096 1/08



BIBLIOTE

Urzędu Patentowego

POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 35634

Kl. 22 ~~b, 2/01~~

Instytut Chemii Nieorganicznej

a, 1/08

(Gliwice, Polska)

Sposób oczyszczania alizaryny

Udzielono patentu z mocą od dnia 29 lipca 1952 r.

Alizaryna techniczna otrzymywana drogą syntezy w skali przemysłowej, np. przez stapianie antrachinonosulfonianu sodowego z wodorotlenkiem sodu pod ciśnieniem, w obecności środka utleniającego jak nadchloran, wymaga dalszego oczyszczania. Znane sposoby oczyszczania alizaryny przez krystalizację, np. z kwasu octowego lub absolutnego alkoholu, wymagają użycia dużych ilości tych odczynników. Sublimacja alizaryny przebiega zbyt wolno nawet pod zmniejszonym ciśnieniem, aby, praktycznie biorąc, nadawała się do oczyszczania. Sposób według Böese-kena (Rec. trav. Chim. 41, 782, 1921), polegający na rozpuszczaniu alizaryny w ługu sodowym, wytrącaniu dwutlenkiem węgla, gotowaniu alizarynianu sodu z wodorotlenkiem baru i rozkładaniu alizarynianu baru kwasem solnym, jest skomplikowany i niezbyt skuteczny.

Przedmiotem wynalazku jest sposób oczyszczania technicznej alizaryny przez rozpuszczanie jej w zasadach aromatycznych, jak anilina, ksylidyny, toluidyny, ich alkylopo pochodne itd. jak również ich mieszkanki, oraz wytrącanie alizaryny przez zakwaszanie otrzymanego roztworu, np. rozcieńczonym kwasem solnym. Sposobem według wynalazku otrzymuje się alizarynę o tak wysokiej czystości, że nadaje się ona do użycia jako odczynnik analityczny, a tym bardziej do otrzymywania z niej barwników pochodnych, np. alizaryny S. Sposób ten, jest znacznie prostszy i tańszy w porównaniu ze sposobami znanymi.

W celu oczyszczenia technicznej alizaryny sposobem według wynalazku ogrzewa się 1 część wagową suchej alizaryny technicznej i 15—20 części zasady aromatycznej do temperatury 100°—200° C. Szczególnie korzystne jest stosowanie do tego celu zwykłego technicznego oleju anilinowego. Niezbędnym warunkiem dokładnego oczyszczenia alizaryny jest stosowanie zasad

*) Właściciel patentu oświadczył, że wynalazcami są: inż. Władysław Kozak i inż. Stanisław Franke.

aromatycznych w stanie bezwodnym. Otrzymany roztwór alizaryny przesącza się, a następnie przesącz wprowadza powoli do gorącego kwasu rozcieńczonego, np. 5%-ego kwasu solnego. Użyty do tego celu kwas winien być wolny od zawartości żelaza. Wytrąconą alizarynę przemycia się rozcieńczonym kwasem i wodą oraz suszy w temperaturze bliskiej 100°C.

Z przesączu zawierającego zasady aromatyczne w postaci soli danego kwasu, np. chlorowodoru aniliny, można zasady te z łatwością odzyskać w dowolny znany sposób, np. przez zadanie sodą, rozdzielenie i destylację z parą wodną. Dzięki temu straty zasad aromatycznych przy oczyszczaniu alizaryny są niewielkie.

Przykład I. 4,5 części wagowych suchej alizaryny technicznej o zawartości popiołu 3,8%, zadano 74 częściami chemicznie czystej, bezwodnej aniliny w kolbie o trzech szyjkach, zaopatrzonej w mieszadło, chłodnicę i termometr, oraz ogrzano zawartość kolby do temperatury 170°C, stale mieszając. Następnie mieszaninę przesączono przez lejek Büchnera ogrzany do około 190°C, a otrzymany przesącz wdroplono do około 5%-ego kwasu solnego o temperaturze bliskiej wrzenia. Kwas ten otrzymano przez rozcieńczenie 86 części wagowych stężonego chemicznie czystego kwasu solnego o ciężarze właściwym 1,19. Podczas wkrapiania roztwór kwasu energicznie mieszano. Otrzymany osad przemyto 5%-owym kwasem solnym i wodą, a następnie wysuszono w ciągu 5 godzin w temperaturze 95°C. Otrzymano 3,84 części alizaryny wolnej od zanieczyszczeń nieorganicznych, która nie wykazywała pozostałości po wyprażeniu. Uzyskana wydajność wynosi 85% wydajności teoretycznej.

Przykład II. 50 części wagowych suchej alizaryny technicznej o zawartości popiołu 8,9%, zadano 820 częściami bezwodnej aniliny w urządzeniu jak w przykładzie I, ogrzano do temperatury 170°C i mieszając przesączono, a prze-

sącz wdroplono do około 5%-ego kwasu solnego otrzymanego przez rozcieńczenie 950 części wagowych kwasu stężonego, chemicznie czystego o ciężarze właściwym 1,19. Po odsączeniu osadu, przemyciu i wysuszeniu go jak w przykładzie I, otrzymano 37,55 części alizaryny nie wykazującej pozostałości po wyprażeniu. Uzyskana wydajność wyniosła 75,1% wydajności teoretycznej.

Przykład III. 15 części wagowych alizaryny technicznej o zawartości popiołu 17,6% zadano 246 częściami technicznego bezwodnego oleju anilinowego w urządzeniu jak w poprzednich przykładach. Mieszaninę ogrzano do temperatury 180°C, przesączono, a przesącz wdroplono do kwasu solnego około 5%-ego, otrzymanego przez rozcieńczenie 285 części technicznego stężonego kwasu solnego, wolnego od zawartości żelaza, o ciężarze właściwym 1,19. Po odsączeniu osadu, przemyciu i wysuszeniu go jak w poprzednich przykładach, otrzymano 9,65 części czystej alizaryny, nie wykazującej pozostałości po wyprażeniu, co odpowiada 64,2% wydajności teoretycznej.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób oczyszczania alizaryny, znamienny tym, że alizarynę rozpuszcza się w zasadzie aromatycznej, jak anilina, toluidyna lub ich alkylopochodne, a otrzymany roztwór po przesączeniu na gorąco wkrapla się do rozcieńczonego wodnego roztworu kwasu wolnego od żelaza.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że jako zasadę aromatyczną stosuje się bezwodny techniczny olej anilinowy.

Instytut
Chemii Nieorganicznej

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych.