

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

OPIS PATENTOWY

67 707

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 15.IV.1969 (P 132 975)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 10.VI.1973

Kl. 12o,10

MKP C07c 49/68

UKD

Współtwórcy wynalazku: Tadeusz Urbański, Zofia Kubajowa

Właściciel patentu: Polska Akademia Nauk (Instytut Chemii Organicznej), Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania antrachinonu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania antrachinonu przez fotochemiczne utlenianie 9-nitro-antracenu. Antrachinon jest produktem wyjściowym w syntezie chemicznej, na przykład w przemyśle barwnikarskim i zapotrzebowanie na ten związek jest bardzo duże. Dotychczas stosowane metody otrzymywania antrachinonu polegają głównie na utlenianiu antracenu w obecności odpowiednich układów katalitycznych, łatwo jednak ulegających dezaktywacji. Znane sposoby mogą być także oparte na syntezie w reakcji Friedel-Craftsa. Wszystkie podane wyżej sposoby są stosunkowo kłopotliwe i nieekonomiczne ze względu na wieloetapowość prowadzonego procesu, dlatego też szeroko poszukuje się nowych rozwiązań do otrzymywania antrachinonu.

Wiadome jest z literatury, że 9-nitro-antracen w rozpuszczalnikach organicznych takich jak na przykład aceton, etanol, dwusiarczek węgla ulega fotochemicznej reakcji rozkładu, przy czym w zależności od warunków reakcji i użytego rozpuszczalnika otrzymuje się mieszaniny produktów, z których z trudem można wydzielić antrachinon w stosunkowo niewielkich i zmiennych wydajnościach oraz niewysokiej czystości.

Znane sposoby otrzymywania antrachinonu na drodze fotochemicznego utleniania polegają między innymi na naświetlaniu światłem słonecznym 9-nitro-antracenu w roztworze etanolu i następnie wytrząsaniu roztworu poreakcyjnego z powietrzem

2

lub przy użyciu dwusiarczku węgla jako rozpuszczalnika, przy czym otrzymuje się żywiczny produkt zawierający obok nitroantronu również antrachinon. W powyższym celu stosuje się także światło ultrafioletu w wyniku czego obok dwuantronu, nitroantronu i oksymu antrachinonu otrzymuje się antrachinon.

Jednakże jak wspomniano wyżej sposoby te charakteryzują się niedużymi wydajnościami, które są zmiennie i zależą od warunków prowadzenia procesu.

Celem wynalazku było znalezienie takiego rozwiązania, które pozwoliłoby na wytwarzanie antrachinonu sposobem możliwie najbardziej uproszczonym, a jednocześnie gwarantującym wysoką czystość produktu i najwyższe wydajności.

Stwierdzono, że ten można osiągnąć jeżeli roztwór 9-nitro-antracenu poddaje się fotochemicznej reakcji w środowisku kwasu octowego lodowego. Najlepsze wyniki uzyskuje się, jeżeli działa się światłem o długościach fali leżących w zakresie od podczerwieni do ultrafioletu, zaś reakcja przebiega najszybciej, jeżeli prowadzi się ją w temperaturze wrzenia rozpuszczalnika.

W warunkach według wynalazku antrachinon wytrąca się z roztworu po 6—12 godzinach prowadzenia reakcji w postaci krystalicznej, bardzo czystej, z wydajnością bliską 100%. Produkt ten jest całkowicie wolny od jakichkolwiek zanie-

czyszczeń i wobec tego nie wymaga dalszego oczyszczania.

Dodatkową zaletą wynalazku jest to, że kwas octowy można regenerować z roztworu poreakcyjnego za pomocą destylacji, odzyskując około 80% rozpuszczalnika.

Przykład I. Roztwór 9-nitro-antracenu (3 — 10%) w kwasie octowym lodowatym utrzymuje się w temperaturze wrzenia rozpuszczalnika przy jednoczesnym naświetlaniu źródłem światła ultrafioletowego w czasie ponad 6 godzin. Po około 3 — 4 godzinach rozpoczyna się rozkład związku przy jednoczesnym wywiązywaniu się tlenków azotu, przy czym z roztworu reakcyjnego wytrąca się antrachinon. Po zakończeniu reakcji i oziębieniu roztworu, osad odsącza się, przemywa wodą o temperaturze 70° — 80°C i suszy otrzymując antrachinon o postaci krystalicznej, zabarwieniu słabo żółtym, temperaturze topnienia 286°C z wydajnością 98 — 99%.

Widmo w podczerwieni nie wykazuje różnic w porównaniu z widmem związku wzorcowego.

Przykład II. Postępuje się analogicznie jak w przykładzie I z tym, że zamiast światła ultrafioletowego stosuje się światło podczerwone. Otrzy-

muje się antrachinon o identycznych właściwościach jak w przykładzie I i tej samej wydajności tj. 98 — 99%.

Przykład III. Postępuje się analogicznie jak w przykładzie I z tym, że zamiast światła ultrafioletowego stosuje się światło dzienne. Otrzymuje się antrachinon o identycznych parametrach jak w przykładzie I i wydajność 98%.

Zastrzeżenie patentowe

1. Sposób wytwarzania antrachinonu przez fotochemiczną reakcję rozkładu 9-nitro-antracenu w rozpuszczalniku organicznym, **znamienny tym**, że jako rozpuszczalnik organiczny stosuje się kwas octowy.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako kwas octowy stosuje się kwas octowy lodowaty.

3. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że reakcję fotochemiczną prowadzi się za pomocą światła o długości fal w zakresie od podczerwieni do ultrafioletu.

4. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że reakcję fotochemiczną prowadzi się w temperaturze wrzenia rozpuszczalnika.