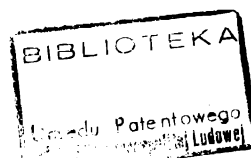


10 października 1925 r.

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY *C07c 15/20*

Nr 2131.

Kl. 12 o 1.

Hans Pereira
(Wiedeń, Austria).**Sposób sporządzania perylenu i dioksyperyleny.**

Zgłoszono 28 czerwca 1921 r.

Udzielono 27 maja 1925 r.

Pierwszeństwo: 2 lipca 1920 r. (Austria).

Dotychczasowe sposoby sporządzania perylenu z pochodnych naftaliny nie mogą mieć większego zastosowania z powodu trudności, jakie się nastroczały przy praktycznym ich stosowaniu.

Celem niniejszego wynalazku jest zastosowanie prostego sposobu wytwarzania perylenu w dowolnie wielkich ilościach, bez kosztownej aparatury i z ominięciem praktycznych trudności.

Sposób podług wynalazku polega na tem, że od nieznanej dotychczas pochodnej perylenu, mianowicie dioksyperyleny odłącza się tlen środkami odtleniającymi.

Wspomniany dioksyperylen otrzymuje się w ten sposób, że alkilowane dioksybinafitylę, zmieszane ze środkami kondensacyj-

nemi, ogrzewa się do temperatury, leżącej poniżej temperatury topliwości dioksyperyleny, przyczem wytwarza się dioksyperylen, który zostaje wyługowany i oczyszczony.

Dalej jest podany przykład wykonania niniejszego wynalazku.

1 wagowa część 2,2' dimetoksyłu, 1' binafitylu i 4 wagowe części służącego, jako środka kondensacyjnego, chlorku glinowego miesza się dokładnie w stanie sproszkowanym i przy zabezpieczeniu od wilgoci w przeciągu 2-ch godzin ogrzewa się do temperatury poniżej topliwości dioksyperyleny, najlepiej do 140—150° C pod ciśnieniem 1 atm, przyczem przy prawie ilościowym przebiegu wytwarza się dioksyperylen. Aby wyługować środek kondensacyjny albo pro-

dukty jego rozkładu, masę poddaje się działaniu odpowiednich rozpuszczalników, w danym przykładzie, kwasu solnego, a pozostałość, składająca się przeważnie z dioksyperyleny, zostaje oddzielona od przylegającego płynu przez filtrowanie, najlepiej pod zmniejszonym ciśnieniem.

Ten nieznaný dotychczas dioksyperylen jest żółtym, albo żółto-zielonym niekrystalicznym ciałem o wysokim punkcie topliwości (znacznie powyżej 150° C); jest łatwo rozpuszczalny w ługu alkalicznym, krystalicznym kwasie octowym, benzolu, toluolu przy intensywnej zielonej fluorescencji, natomiast trudno rozpuszcza się w alkoholu i zupełnie nie rozpuszcza się w wodzie.

Dla oczyszczania może dioksyperylen być rozpuszczony w ługu albo krystalicznym kwasie octowym i strącony przez dodanie wody. Rozpuszczony w ługu utlenia się, przyczem produkt utlenienia różni się od niego tem, że roztwory jego nie wykazują fluorescencji.

O ile przy strącaniu dioksyperyleny z alkalicznego ługu wytworzy się produkt jego utlenienia (chinon) w znacznej ilości, to można go znów przeprowadzić w dioksyperylen przez traktowanie ługiem sodowym i podsiarczynem sodowym w średniej temperaturze.

Zamiast bimetoksybinaftylu mogą być zastosowane również inne alkilopochodne binaftylu do wytwarzania dioksyperyleny w powyżej podobny sposób.

Dla sporządzenia peryleny odczepia się z powyżej opisanego dioksyperyleny tlen przez traktowanie środkami odtleniającymi. Mianowicie miesza się 1 wagową część dioksyperyleny z 4-ma np. częściami pyłu cynkowego i ogrzewa się mieszaninę w strumieniu wodnym przy ciśnieniu atmosferycznym do temperatury powyżej temperatury wrzenia peryleny (450—500 °C), przyczem perylen destyluje, jako czerwono-

żółty, prędko krzepniejący olej, wykazujący wszystkie własności znanego z literatury peryleny. Przez przekrystalizowanie z benzolu, krystalicznego kwasu octowego i innych znanych rozpuszczalników może być on oczyszczony. Również i ta reakcja ma przebieg prawie ilościowy.

Dla istoty wynalazku obojętnem jest, czy odłączenie tlenu z dioksyperyleny odbywa się zapomocą zwykłej redukcji cynkiem, albo wodorem, albo jednym i drugim, czy też ma być przypisane pewnemu rodzajowi, zauważonej już poprzednio przy pewnych zawierających tlen substancjach, hydrogenizacji, przy której bez zastąpienia wodorem tlen zostaje odłączony, ale metal gra rolę tylko katalizatora, a nie — środka odtleniającego. Bliższe rozważanie tej kwestji w tym wypadku jest zbędne.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób sporządzania peryleny, znamieny tem, że z dioksyperyleny tlen odłącza się przez środek odtleniający.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tem, że odłączenie tlenu odbywa się przy pomocy metalu, przeważnie cynku, przy temperaturze destylacji peryleny i ciśnieniu atmosferycznym.

3. Sposób według zastrz. 2, znamieny tem, że odłączenie tlenu odbywa się w strumieniu wodoru.

4. Sposób sporządzania wskazanego w zastrz. 1 peryleny, znamieny tem, że alkilowane dioksybinaftyle miesza się ze środkami kondensacyjnymi i ogrzewa do temperatury poniżej temperatury topliwości dioksyperyleny i oczyszcza się po wyługowaniu środka kondensacyjnego.

5. Sposób według zastrz. 4, znamieny stosowaniem chlorku glinowego jako środka kondensacyjnego i kwasu solnego do wyługowania.

6. Sposób według zastrz. 4, znamien-
ny tem, że oczyszczanie perylenu wykony-
wa się przez strącanie go z ługu albo kry-
stalicznego kwasu octowego.

7. Sposób według zastrz. 6, znamien-
ny przeprowadzeniem wytwarzanego pery-

lencinonu przez traktowanie ługiem sodo-
wym i podsiarczynem sodowym w dioksy-
perylene.

Hans Pereira.
Zastępca: M. Brokman,
rzecznik patentowy.