



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 46461

Kl. 12 o, 23/03
Kl. internat. C 07 c

VEB Farbenfabrik Wolfen*)

Wolfen, Niemiecka Republika Demokratyczna

Sposób wytwarzania dekakacykenu

Patent trwa od dnia 7 października 1960 r.

Pierwszeństwo: 1 marca 1960 r. (Niemiecka Republika Demokratyczna).

Jak wiadomo, dekakacyklen otrzymuje się przez stapianie acenaftenu z siarką. Obok niego powstają jednakże znaczne ilości dwunaftylenotiofenu, fluorocykenu i częściowo również substancje żywiczne, których oddzielenie przez ekstrakcję różnymi rozpuszczalnikami stanowi znaczną trudność. Przy bezpośrednim ogrzewaniu mieszaniny acenaftenu i siarki osiąga się wydajność najwyżej 20%. Również przy stopniowym wprowadzaniu siarki do stopionego acenaftenu udaje się, z powodu krzepnięcia masy reakcyjnej ze wzrostem czasu trwania reakcji, otrzymać jedynie niedostateczną przemianę na dekakacyklen. Z tego powodu dekakacyklen otrzymywano w ten sposób, że dwunaftylenotiofen z acenaftenem i (lub) acenaftylenem, ewentualnie w obecności

środków rozcieńczających poddawano reakcji z wodorotlenkami metali alkalicznych lub metali ziem alkalicznych w podwyższonej temperaturze. W metodzie tej wymaga się usunięcia z otrzymywanego produktu nieorganicznych i organicznych zanieczyszczeń jak również substancji żywicznych. W tym celu konieczny jest stosunkowo duży nakład pracy ręcznej. Tak na przykład gorący produkt surowy spuszcza się do panwi, co powoduje przykry zapach i zwiększa niebezpieczeństwo zapalenia się. Produkt wyłamuje się z panwi, rozdrabnia i poddaje ekstrakcji rozpuszczalnikami. Przeprowadzanie od początku uwodorniania w wysokowrzącym rozpuszczalniku okazuje się również nie celowe, ponieważ w danych warunkach najczęściej reaguje on sam i z tego powodu uzyskuje się nieprzydatny produkt końcowy.

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są inż. Martin Ehrlich i dr Kurt Junghans,

Stwierdzono, że dekakacyklen otrzymuje się z dobrą wydajnością, gdy do stopionego acenaftenu

nu wprowadza się powoli wymaganą ilość siarki w postaci ciekłej. Aby zapobiec krzepnięciu masy, pod koniec reakcji równocześnie z jeszcze nie doprowadzoną siarką wprowadza się stopiony acenaften lub wysokowrzący rozpuszczalnik, na przykład chlorowcowęglowodór.

Okazało się to korzystne, gdy do mieszalnika zaopatrzonego w ogrzewaną chłodnicę zwrotną wprowadza się uprzednio stopiony acenaften i mieszając doprowadza powoli w podwyższonej temperaturze ciekłą siarkę. Uchodzące pary, zawierające H_2S , kieruje się do płóczki wieżowej, dla wychwytywania sublimującego acenaftenu. Następnie siarkowodór absorbuje się w drugiej płóczce wieżowej. Otrzymany surowy stop przetłacza się do reaktora, w którym znajduje się chlorowcowęglowodór i dobrze miesza za pomocą mieszadła. Powstające w czasie reakcji produkty uboczne rozpuszczają się przy tym w chlorowcowęglowodorze, podczas gdy dekacyklen jako nierozpuszczalną pozostałość oddziela się, na przykład na wirówce.

Otrzymany sposobem według wynalazku dekacyklen jest nadzwyczaj czysty tak, że dodatkowe rozpuszczanie i wytrącanie jest zbędne. Prócz tego nowy sposób daje się przeprowadzić w stosunkowo krótkim czasie. Dalej rozpuszczalnik jak również sublimowany acenaften można odzyskiwać przez destylację.

Przykład. 125 części wagowych acenaftenu ogrzewa się w mieszalniku zaopatrzonym w ogrzewaną chłodnicę zwrotną w temperaturze $260^{\circ}C$ i wprowadza 45 części wagowych ciekłej siarki za pomocą pompy dozującej. Uwolniony w czasie reakcji siarkowodór kieruje się poprzez

chłodnicę zwrotną i ogrzewany przewód do wieży wypełnionej pierścieniami Raschiga, zraszanej czterochlorkiem węgla, w której pochłania się wprowadzany razem produkt sublimacji (acenaften). Siarkowodór zraszany jest następnie w drugiej wieży zraszającej ługiem sodowym i ulega przemianie na siarczek lub wodorosiarczek. Pod koniec reakcji dodaje się do mieszalnika 25 części wagowych ciekłego acenaftenu. Po zakończeniu dodawania siarki miesza się jeszcze w ciągu godziny w temperaturze $270^{\circ}C$. Przereagowany stop przetłacza się następnie za pomocą azotu przez ogrzewany przewód do ekstraktora, w którym miesza się intensywnie z 400 częściami objętościowymi trójkloroetylenu i w końcu dla wyparcia trójkloroetylenu za pomocą metanolem. Po wysuszeniu otrzymuje się 60 części wagowych dekacyklenu, o temperaturze topnienia $380^{\circ}C$. Otrzymane przesącze zatrzymuje się i przerabia na drodze destylacji.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania dekacyklenu z acenaftenu i siarki, znamienny tym, że do stopionego acenaftenu wprowadza się powoli ciekłą siarkę, następnie pod koniec reakcji dodaje jeszcze stopiony acenaften lub rozpuszczalnik, a po zakończeniu reakcji stop miesza się z chlorowcowęglowodorem i oddziela się nierozpuszczony dekacyklen.

VEB Farbenfabrik Wolfen

Zastępca: dr Andrzej Au
rzecznik patentowy