

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

C07c 49/68

Nr 2197.

Kl. 12 o 10.

Chemische Fabriken Worms Aktiengesellschaft
(Frankfurt n. M., Niemcy).

Sposób wyrabiania wysokoprocentowego antrachinonu i jego pochodnych.

Zgłoszono 25 lutego 1922 r.
Udzielono 8 czerwca 1925 r.

Znanem jest wyrabianie antrachinonu i jego pochodnych z odpowiednich związków niższych stopni utlenienia przez utlenianie kwasem azotowym lub tlenkami azotu lub też przy pomocy tlenu albo zawierających tlen gazów i par w obecności małych ilości zawierających tlen związków azotu. Tak jest np. w niemieckim patencie Nr 292681 opisany sposób, polegający na tem, że antracenen ogrzewa się w obojętnych lub alkalicznych rozpuszczalnikach lub środkach suspensyjnych, w obecności tlenu lub powietrza pod ciśnieniem, dodając katalizatorów lub przenośników tlenu. Według zaś patentu niemieckiego Nr 268049 skutecznia się utlenienie antracenu w obecności

środków rozczynnych lub suspensyjnych z pomocą obliczonej ilości dwutlenku azotu.

Te znane sposoby, które polegają na utlenianiu antracenu przy pomocy tlenków azotu lub kwasu azotowego, mają tę niedogodność, iż wskutek dodania kwasu azotowego lub też wskutek tego, że ten się podczas oddziaływania sam wytwarza, powstają zanieczyszczenia, które nawet przez powtórne sublimowanie lub krystalizację tylko z trudnością dają się oddzielać od antrachinonu i powodują to, że tenże trudno daje się przerabiać.

Szkodliwe działanie kwasu azotowego przy utlenianiu antracenu na antrachinon jest znane i dlatego też usiłowano temu

w ten sposób zapobiec, że dodawano do antracenu przed utlenieniem soli rtęciowych lub środków wiążących kwas azotowy (porównaj patenty niemieckie NNr 284179 i 256623).

Teraz znaleziono, że można w łatwiejszy oraz prostszy sposób zapobiec tworzeniu się produktów azotowych i innych zanieczyszczeń, powstających wskutek obecności kwasu azotowego, jeżeli się operuje wolnemi od wody, organicznemi kwasami i wiąże tworzącą się wodę przez dodanie środków, wyciągających ją, a równocześnie doda suchych tlenków azotu jako katalizatora. W przeciwieństwie do sposobu wspomnianego, zapobiega się przez to wogóle tworzeniu się kwasu azotowego zgóry, a powstawanie produktów azotowych jest całkowicie wykluczone. Sporządzony tą metodą antrachinon ma wysoki stopień czystości i nie zawiera ani śladu azotu. Otrzymuje się go jedynie przez odssanie ze środków rozpuszczających lub suspenesyjnych, a nie przez sublimowanie ze środków, wiążących kwas azotowy.

Następnie znaleziono, iż dodatek tlenków azotu można przez to znacznie uprościć, jeżeli się do kwaśnego roztworu substancji, jaka ma być utleniona, doda suchych azotynów w stanie stałym i w małej ilości podczas doprowadzania tlenu. Przy dotychczasowem zastosowaniu tlenków azotu, jako przenośników tlenu lub jako środków utleniania doprowadzano ten związek tlenu z azotem albo w postaci dymiącego kwasu azotowego lub też w postaci gazu. Używając dymiącego kwasu azotowego, a pomijawszy to, że operowanie tym kwasem ma się odbywać przy zastosowaniu odpowiednich środków ostrożności, gdyż jest on szkodliwy dla zdrowia, należy liczyć się z tą niedogodnością, iż można używać jedynie naczyń, odpornych na działanie tego kwasu, oraz, co jeszcze znacznie ważniejszym jest, że, jak już wspomniano, wskutek dodatku kwasu azotowego po-

wstaje stosunkowo wielki procent produktów azotowych lub innych zanieczyszczeń. Jeżeli się tlenki azotu będzie doprowadzało w postaci gazu, to będzie konieczną obszerna i droga aparatura do sporządzania tychże tlenków azotu w postaci gazu, co znowu wpływa na zwiększenie się kosztów fabrykacji. Następnie należy także troszczyć się o to, aby tlenki azotu nie zawierały kwasu azotowego i pary wodnej, a to celem zapobieżenia zanieczyszczaniu antrachinonu azotem, co także czyni tę metodę droższą. Dodawanie azotynów suchych w stanie stałym oznacza, jak to bez trudności jest łatwem do pojęcia, znaczne uproszczenie metody i uczynienie jej tańszą.

Opisany tutaj sposób ma jeszcze dlatego pierwszeństwo, że można używać także mniej wartościowego antracenu, a mimo to będzie się otrzymywało antrachinon dobrej jakości. Także ta okoliczność, że zawiera on karbazol, dający się tylko z trudnością oddzielać od antracenu i znajdujący się prawie z reguły w nim, nie szkodzi nic, gdyż karbazol ten zostaje przez azotyn sodowy i kwas octowy lub przez inne kwasy przetworzony na karbazol azotowy, który w przeciwieństwie do antrachinonu jest łatwo rozpuszczalny i podczas odssania antrachinonu pozostaje w ługu w stanie rozpuszczonym.

Jako środków rozpuszczających lub zawiesinowych można oczywiście używać także mieszanin środków rozpuszczających kwaśnych z obojętnemi, a mianowicie także i takich, których przy innych metodach nie można używać wskutek obecności kwasu azotowego. Środek ten zostaje po odssaniu antrachinonu otrzymywany zpowrotem przez destylację, oraz można go znowu zastosować do tego procesu.

Przykład I. 100 kg 87%-owego antracenu ogrzewa się w zamkniętem naczyniu wraz z 500 kg niezawierającego wody kwasu octowego i mniej więcej 60 kg bez-

wodnika kwasu octowego do niespełna 90°, mieszając i dodając 0,5—1,0 kg stałego azotynu sodowego, a następnie doprowadzając tlen po ciśnieniem. Natychmiast następuje silna absorbcja i po kilku godzinach jest utlenianie ukończone. Po ochłodzeniu zostaje antrachinon odssany i opfokuje się go nieco 100%-owym kwasem octowym. Niezawierający wody środek rozpuszczający można po destylowaniu użyć powtórnie. Wydajność antrachinonu wynosi mniej więcej 95% teorii, punkt topliwości blisko 283°, a produkt zawiera 99—100% antrachinonu.

Przykład II. 100 kg 95%-owego antracenu miesza się z 200 kg, niezawierającego wody, kwasu propionowego, 200 kg benzolu i 16 kg odwodnionego octanu sodowego a następnie postępuje się wedle przykładu, podanego pod I. Reakcja kończy się również w kilku godzinach. Wydajność i czystość otrzymanego antrachinonu zgadza się z przykładem I.

Zastrzeżenia patentowe.

Sposób wyrabiania wysokoprocentowego antrachinonu i jego pochodnych z odpowiednich związków niższych stopni utleniania, znamienny tem, że mające być utlenionemi związki poddaje się w kwaśnych organicznych środkach rozpuszczających lub zawiesinowych, a w danym razie w mieszaniu z obojętnemi środkami rozpuszczającemi lub zawiesinowemi, wykluczając całkowicie wodę i kwas azotowy, a w razie potrzeby zastosowując specjalne środki pochłaniające wodę, działaniu tlenu lub zawierających tlen gazów i par, dodając równocześnie suche azotyny w stanie stałym i w małej ilości, oraz ewentualnie inne jeszcze przenośniki tlenu lub katalizatory.

Chemische Fabriken
Worms Aktiengesellschaft.

Zastępca: A. Bolland,
rzecznik patentowy.