



URZĄD
PATENTOWY
PRL

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 11.I.1963 (P 100 513)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 5.X.1965

Kl. 12 o, 1/04

MKP

UKD

604c
7/02.

Twórca wynalazku: mgr Józef Janczur

Właściciel patentu: Instytut Chemicznej Przeróbki Węgla, Zabrze
(Polska)

BIBLIOTEKA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Sposób otrzymywania antracenu o wysokiej czystości
z antracenu technicznego

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania antracenu o wysokiej czystości z produktu technicznego jako substratu wyjściowego.

Dotychczas jest znany sposób otrzymywania czystego około 99%-ego antracenu na drodze chromatograficznego oczyszczania przy użyciu tlenku żelaza. Znany jest także sposób oczyszczania antracenu, polegający na destylacji azeotropowej antracenu technicznego z glikolem etylenowym na kolumnie o sprawności 20 pól teoretycznych, usunięciu z destylatu resztek glikolu, wysuszeniu antracenu i sublimacji w wysokiej próżni 10^{-3} tora. Dotychczasowe sposoby otrzymywania antracenu o wysokiej czystości są więc bardzo skomplikowane i kosztowne, co jest ich podstawową wadą. Oprócz tego znany jest sposób oczyszczania surowego antracenu, na drodze rafinacji kwasem siarkowym. Jednak tą drogą, stosując jako produkt wyjściowy antracen surowy, nie otrzymuje się antracenu o wymaganej wysokiej czystości i temperaturze topnienia. Tym sposobem można otrzymać antracen o czystości tylko 96%-ej, który nie może być wykorzystany do celów badawczych i do specjalnych zastosowań w przemyśle, na przykład do liczników scyntylacyjnych i w przemyśle farmaceutycznym.

Według niniejszego wynalazku oczyszczanie antracenu technicznego prowadzi się na drodze rafinacji kwasem przy takim doborze temperatury procesu i stężenia zastosowanego kwasu, przy których

2

5 najłatwiej ulegają sulfonowaniu zanieczyszczenia towarzyszące technicznemu antraceniowi. Sposób ten jest prosty w wykonaniu, a przy tym uzyskuje się antracen o bardzo wysokiej czystości. Wyniki oznaczeń spektrofotometrycznych po przeprowadzonych doświadczeniach wykazały, że krzywe absorpcji uzyskanego produktu odpowiadają przebiegowi krzywych wzorcowych, z czego wynika, że antracen otrzymany sposobem według wynalazku wykazuje bardzo wysoką czystość.

10 Sposób według wynalazku polega na tym, że antracen techniczny około 90%-owy jako surowiec wyjściowy, rozpuszcza się najpierw w toluenie w stosunku 5 g surowca na 100 ml toluenu, a następnie otrzymany roztwór poddaje się przez sześć godzin w temperaturze 80 — 85°C rafinacji około 15 85%-owym kwasem siarkowym w ilości 60% wagowych w stosunku do surowca. Kwas siarkowy wprowadza się porcjami co godzinę w ilości po 10% wagowych w stosunku do surowca, po uprzednim odpuszczeniu kwasu porafinacyjnego. Po 20 sześciu takich jednogodzinnych rafinacjach, roztwór przemycy się kolejno gorącą wodą, 5%-ym ługiem sodowym i wodą w celu zobojętnienia. Następnie po krystalizacji z toluenu w temperaturze 25 pokojowej, odwirowaniu, przemyciu na wirówce małą ilością czystego metanolu i wysuszeniu otrzymuje się wysokiej czystości antracen ponad 99%-owy o temperaturze topnienia 217°C.

30 Przykład: do reaktora szklanego ogrzewane-

go węzownicą parową i zaopatrzonego w mieszadło mechaniczne wlewa się 100 l toluenu i dodaje się 5 kg antracenu technicznego. Po uruchomieniu mieszadła ogrzewa się do temperatury 80 — 85°C. Po rozpuszczeniu produktu dodaje się 500 g kwasu siarkowego 85%-owego i rafinuje się w temperaturze 85°C przez godzinę (szybkość obrotu mieszadła około 600/min.). Po godzinie rafinacji wyłącza się mieszadło i odpuszcza dokładnie kwas porafinacyjny i dodaje się następną taką samą porcję kwasu siarkowego, przy czym czynności te powtarza się sześć razy co godzinę. Po rafinacji i ostatnim oddzieleniu kwasu porafinacyjnego zawartość poddaje się krystalizacji po uprzednim jednorazowym przemyciu gorącą wodą w temperaturze około 80°C potem kolejno 5%-owym ługiem sodowym i gorącą wodą w celu zubożenia. Zużycie wody wynosi około 50 l, a ługu sodowego 5%-owego 3 l. Po neutralizacji zawartość pozostawia się do krystalizacji w temperaturze pokojowej. Po krystalizacji z toluenu, odwirowaniu, przemyciu metanolem na wirówce i wysuszeniu, otrzymuje się produkt o temperaturze topnienia 217°C zawierający

ponad 99% antracenu. Ilość otrzymanego produktu w stosunku do surowca wynosi około 70%.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania antracenu o wysokiej czystości z antracenu technicznego na drodze rafinacji kwasem siarkowym wobec rozpuszczalnika organicznego **znamienny tym**, że antracen techniczny rozpuszcza się w toluenie w stosunku 1:20, a otrzymany roztwór poddaje się przez sześć godzin w temperaturze 80 — 85°C rafinacji około 85%-owym kwasem siarkowym w ilości 60% wagowych w stosunku do surowca, przy czym kwas siarkowy wprowadza się sześć razy w odstępach jednogodzinnych w ilości po 10% wagowych odpuszczając każdorazowo poprzednią porcję kwasu, a następnie roztwór przemywa się kolejno gorącą wodą, zubożeniem 5%-owym ługiem sodowym i znowu przemywa wodą, po czym poddaje się krystalizacji w temperaturze pokojowej a wydzielony antracen odwirowuje i przemywa czystym metanolem.