



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

203774
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 07 C 50/18

(22) Přihlášeno 25 04 79
(21) (PV 2873-79)

(40) Zveřejněno 30 06 80

(45) Vydáno 15 06 83

(75)
Autor vynálezu

VYMĚTAL JAN ing. CSc., VALAŠSKÉ MEZIRŮČÍ
a NOREK JIŘÍ ing., JANKOV

(54) Způsob přípravy 9,10-anthrachinonu

1

Vynález se týká způsobu přípravy 9,10-anthrachinonu katalytickou oxidací 9,10-dihydroanthracenu v plynné fázi.

Podle dosavadních poznatků je 9,10-anthrachinon připravován jednak oxidací anthracenu nebo 9,10-dihydroanthracenu a jednak synteticky. Oxidace anthracenu, obvykle černouhelného původu, se provádí zejména v plynné fázi, a to jak na pevném, tak ve fluidním loži katalyzátoru. Funkce katalyzátoru je založena zejména na katalytickém působení oxidu vanadičného, naneseném na nejrozličnějších druzích nosičů (např. oxid hliníkový, křemičitý, titaničitý, karbidy křemíku a titanu, kovový hliník, zeolity apod.). Aktivita a selektivita katalyzátoru bývá ovlivňována přísadami široké palety solí prvků periodického systému, zejména alkalických kovů a dalších prvků, hlavně Ib, IIa a IIb podskupin periodického systému. U špičkových katalyzátorů se obvykle dosahuje min. 90 % mol. výtěžnosti 9,10-anthrachinonu, u průměrných katalyzátorů se tato hodnota pohybuje kolem 70 až 82 % mol. U většiny katalyzátorů se používá teploty lázně oxidačního reaktoru 360 až 430 °C, prostorová rychlost 5000 až 8000 h⁻¹, koncentrace suroviny 20 až 40 g/m³ reakčního plynu, teploty kalcinace katalyzátoru 350 až 600 °C a obsahu

2

anthracenu ve výchozí surovině kolem 95 % hmot.

Je popsána i příprava 9,10-anthrachinonu katalytickou oxidací 9,10-dihydroanthracenu v kapalně fázi. Dosud však nebylo použito 9,10-dihydroanthracenu pro přípravu 9,10-anthrachinonu katalytickou oxidací v plynné fázi na katalyzátorech používaných pro oxidaci anthracenu na 9,10-anthrachinon.

Ze syntetických způsobů přípravy 9,10-anthrachinonu jsou středem pozornosti zejména oxidace produktů vzníklých Diels-Alderovou kondenzací 1,4-naftochinonu s 1,3-butadienem, Friedel-Craftsovou reakcí benzenu s ftalanhydridem, dimerizací styrenu (oxidace alkylovaných 3-fenylindanů) a oxidace derivátů difenylmethanu.

Podstatou tohoto vynálezu je způsob přípravy 9,10-anthrachinonu katalytickou oxidací 9,10-dihydroanthracenu nebo jeho směsí s anthracenem, ve kterých činí obsah 9,10-dihydroanthracenu více než 1,5 % hmot., v plynné fázi, za podmínek oxidace anthracenu na 9,10-anthrachinon a na katalyzátoru používaném obvykle k oxidaci anthracenu na 9,10-anthrachinon. Prokázalo se, že 9,10-dihydroanthracen lze oxidovat na 9,10-anthrachinon na naprosto stejných katalyzátorech, jaké se používají pro oxidaci anthracenu. Také podmínky oxidace je možno

ponechat stejné, jako se používají u oxidace anthracenu, přičemž výtěžek a čistota 9,10-anthrachinonu získaného oxidací 9,10-dihydroanthracenu jsou srovnatelné s produktem získaným oxidací anthracenu. Dále bylo zjištěno, že lze oxidovat i směsí 9,10-dihydroanthracenu s anthracenem, aniž by toto mělo negativní vliv na výtěžnost a čistotu 9,10-anthrachinonu, selektivitu nebo životnost katalyzátoru.

Výhoda tohoto postupu spočívá především v rozšíření surovinové základny pro získávání 9,10-anthrachinonu, v možnosti jeho získávání oxidací jednak samotného 9,10-dihydroanthracenu, jednak směsí 9,10-dihydroanthracenu s anthracenem. Další výhodou je skutečnost, že oxidace uvedených látek lze provádět za nezměněných podmínek používaných při oxidaci anthracenu, na nezměněných katalyzátorech, při dosahování srovnatelného výtěžku a čistoty produktu, jako je dosahováno při oxidaci anthracenu.

Získaný 9,10-anthrachinon se téměř výlučně používá jako základní surovina pro výrobu barviv a anthrachinonových derivátů.

Praktické použití vynálezu vyplývá z příkladů provedení.

Příklad 1

9,10-dihydroanthracen o čistotě 95 % hmot. byl oxidován v trubkovém oxidačním reaktoru za těchto podmínek: teplota lázně katalyzátoru 430 °C, prostorová rychlost 1200 h⁻¹, koncentrace suroviny v reakčním plynu 39,5 g/m³. Katalyzátor byl v pevném loži a sestával ze systému V₂O₅—K₂SO₄—FeSO₄—MnSO₄, naneseném na Al₂O₃. Katalyzátor byl předem kalcinován záhřevem na teplotu 360 °C, teplotním gradientem 20 °C/h za průtoku vzduchu. Celková konverze výchozí suroviny byla 99,9 % hmot., výtěžek

9,10-anthrachinonu činil 86,05 % mol., výtěžek ftalanhydridu byl 0,75 % mol a výtěžek oxidů uhlíku byl 13,20 % mol. Získaný 9,10-anthrachinon obsahoval 99,8 % hmot. hlavní složky.

Příklad 2

Směs 80,7 % hmot. 9,10-dihydroanthracenu a 18,3 % hmot. anthracenu byla oxidována za podmínek uvedených v příkladu 1. Celková konverze suroviny byla 99,9 % hmot., výtěžek 9,10-anthrachinonu, počítaný úhrnně z obou výchozích složek činil 88,2 % mol., výtěžek ftalanhydridu byl 0,60 % mol. a výtěžek oxidů uhlíku byl 11,00 % mol. Získaný produkt obsahoval 99,6 % hmot. 9,10-anthrachinonu.

Příklad 3

Směs 34,5 % hmot. 9,10-dihydroanthracenu a 64,8 % hmot. anthracenu byla oxidována za podmínek uvedených v příkladu 1. Celková konverze suroviny dosáhla 99,8 % hmot., výtěžek 9,10-anthrachinonu počítaný celkově z obou výchozích složek činil 83,30 proc. mol., výtěžek ftalanhydridu byl 0,86 % mol. a výtěžek oxidů uhlíku byl 13,00 % mol. Získaný produkt obsahoval 99,4 % hmot. 9,10-anthrachinonu.

Příklad 4

Směs 93,7 % hmot. anthracenu a 2,5 % hmot. 9,10-dihydroanthracenu byla oxidována za podmínek uvedených v příkladu 1. Celková konverze suroviny činila 99,6 % hmot., výtěžek 9,10-anthrachinonu dosáhl 84,8 % mol., výtěžek ftalanhydridu byl 0,95 proc. mol. a výtěžek oxidů uhlíku byl 13,49 proc. mol. Získaný 9,10-anthrachinon obsahoval 99,3 % hmot. hlavní složky.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy 9,10-anthrachinonu z 9,10-dihydroanthracenu katalytickou oxidací, vyznačený tím, že se oxiduje 9,10-dihydroanthracen nebo jeho směsí s anthracenem, ve kterých činí obsah 9,10-dihydroanthra-

cenu více než 1,5 % hmot., v plynné fázi za podmínek oxidace anthracenu na 9,10-anthrachinon na katalyzátorech používaných pro oxidaci anthracenu na 9,10-anthrachinon.