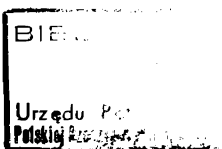


1 lipca 1924 r.

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

No 85.

Kl. 12 o 26.

Fritz Hansgirk,
Graz (Austria).

Sposób otrzymywania perylenu.

Zgłoszono: 11 grudnia 1919 r.

Udzielono: 9 maja 1924 r.

Pierwszeństwo: 26 lutego 1918 r. (Austria).

Dotychczasowe syntezy perylenu (Ber. 48s. 2202) z naftalin — α -dinaftyli albo pochodnych dawały nieznaczną wydajność.

Okazało się obecnie, że wydajność znacznie się powiększa, jeżeli β -pochodne naftaliny albo α -dinaftyli traktuje się środkami chlorującymi, jak związki chloru z fosforem, antymonem, arsenem, glinem i t. p., przyczem powstają β -chloropochodne naftaliny, albo także związki α -dinaftyli, które następnie w znany sposób naprz., chlorkiem glinu, albo na drodze pyrogenicznej mogą być przeprowadzone w perylen. Poleca się jednocześnie stosowanie środków redukujących, jak kwas fosforawy. Reakcja może się odbywać w ten sposób, że, wychodząc z substytuowanych β -pochodnych naftaliny albo α -dinaftyli przeprowadza się izolację substytuowanej β -halogenopochodnych

tego węglowodoru albo nie przeprowadza się. Można również wychodzić z β -halogeno α -dinaftyli, otrzymanych na dowolnej drodze.

PRZYKŁADY:

1. 1 kg β -dinaftolu ogrzewa się prędko z 1 kg kwasu fosforawego przy jednoczesnem dodawaniu 1 kg trójkchloru fosforu. Reakcja odbywa się przy silnem pienieniu się i wydzielaniu fosforowodoru, który się sam przez się zapala. Po ukończeniu wydzielania tego gazu produkt poddaje się cząstkowej destylacji i w ten sposób oddziela od jednocześnie powstających tlenków dinaftyli. Wydajność czystego technicznego perylenu wynosi 60% materiału wyjściowego. Przytem produkt mo-

że być wykrystalizowany z benzolu albo lodowatego kwasu octowego i otrzymuje się czysty perylen, w ilości około 80% technicznego perylenu.

2. Jeżeli się wychodzi z β -dichloro α -dinaftyłu, to reakcję można przeprowadzić albo bez powyżej wspomnianych środków płynnych albo przy ich pomocy. Jeżeli się reakcję prowadzi pyrogenicznie bez środków płynnych, to wydajność jest gorsza.

a) 1 kg β -dichloro α -dinaftyłu ogrzewa się do 500 — 600° i produkt reakcji obrabia, jak w przykładzie 1. Wydajność technicznie czystego perylenu wynosi 20% materiału wyjściowego.

b) 1 kg β -dichloro α -dinaftyłu ogrzewa się przy dodaniu 1 kg kwasu fosforowego do 500° i produkt reakcji obrabia się, jak w przykładzie 1; otrzymuje się wtedy czysty technicznie perylen w ilości 75% materiału wyjściowego.

3. Jeżeli się postępuje jak w przykładzie 1, ale mieszaninę w tych samych stosunkach ogrzewa się do niższej temperatury, niż podane w przykładzie 1, i produkt wystyga bez poprzedniej destylacji, to po wygotowaniu ochłodzonego pro-

duktu z ługiem sodowym, albo potasowym, można oddzielić ciemno zabarwioną substancję, która nie krystalizuje i z tego powodu nie może być dokładnie oznaczona. Substancja ta przy ogrzaniu do wysokiej temperatury, albo jeszcze lepiej przy ogrzaniu z takimi środkami, jak chlorek glinu przechodzi w perylen. Wydajność przy zastosowaniu chlorku glinowego wynosi około 25%, ale może być wypadkowo wyższa.

W powyższych przykładach wykonania zamiast chlorku glinu mogą być użyte inne odpowiednie związki chlorowców i również mogą być stosowane zamiast kwasu fosforowego inne kwasy fosforu.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób otrzymywania perylenu, tem znamienny, że substytuowane w położeniu β -pochodne naftaliny albo α -dinaftyłu traktuje się środkami chlorującymi i produkt reakcji przy stosowaniu obojętnych, albo redukujących środków topiących zostaje przeprowadzony w perylen na drodze pyrogenicznej, albo zapomocą środków zamykających pierścień, przy czem operacje powyższe odbywać się mogą jedna za drugą stopniowo albo jednocześnie w całości.