



262395

P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE ANTRAQUINONA", a favor de la firma suiza CIBA SOCIÉTÉ ANONYME, de Basilea (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Se ha encontrado que se llega de modo sencillo a antraquinona, calentando 1,4-naftoquinona con butadieno en nitrobenceno hasta la formación de la tetrahydroantraquinona, a temperaturas entre 70 a 110° y, seguidamente, hasta la formación de la antraquinona, a temperaturas de por lo menos 180°.

5. Convenientemente se utiliza por 1 mol de naftoquinona 1 mol de butadieno. A menudo puede ser conveniente un exceso menor de este último por ejemplo hasta un aproximadamente 10%.

10. Preferentemente se utiliza aproximadamente 3 partes en peso de nitrobenceno por 1 parte de naftoquinona. Para impedir

262895



la polimerización del butadieno se muestra como ventajosa la adición de uno de los inhibidores usuales, por ejemplo de la p-terciario-butilpirocatequina. Puesto que para la formación de la tetrahidroantraquinona que se origina como aducto de dieno son necesarias dentro de un espacio de tiempo razonable

5. temperaturas de 70 a 110°, convenientemente tales de 90 a 110°, es necesario para la primera fase reaccional operar en vaso cerrado. A las temperaturas indicadas la acumulación de dieno ya queda terminada al cabo de pocas horas.

10. Para la segunda fase reaccional, o sea la deshidrogenación, son necesarias temperaturas de por lo menos 180°, convenientemente tales de 180-210°. A estas temperaturas la deshidrogenación está terminada en una hasta dos horas. El nitrobenzeno al efecto tiene tanto el papel de disolvente, como

15. asimismo él del aceptor de hidrógeno. Por razones económicas se recomienda no aislar de la mezcla reaccional la tetrahidroantraquinona obtenida en la primera fase, sino deshidrogenar en el mismo disolvente y recipiente reaccional. La deshidrogenación puede ser llevada a cabo, tanto en vaso abierto, como asimismo

20. cerrado. En el caso citado en primer lugar existe la posibilidad de eliminar de modo continuo por destilación el agua que se origina en la oxidación.

Una vez terminada la reacción se deja enfriar el líquido reaccional, a cuyo efecto la antraquinona se segrega en

25. estado finamente cristalino y en pureza elevada.

Una forma de realización particularmente conveniente del procedimiento según la invención consiste en utilizar en lugar naftoquinona pura la torta de prensado acuosa que se presenta en la preparación de la misma, conteniendo por ejemplo

30. uno 20 a 60% de agua. Así se puede evitar el operar con nafto-

262895



quinona seca, pura, que presenta propiedades desagradables que irritan la piel. El empleo de esta naftoquinona técnica prácticamente no perjudica rendimiento y pureza de la antraquinona obtenida.

5. En los ejemplos siguientes, en tanto que no se indique otra cosa, las partes significan partes en peso, los porcentajes tantos por ciento en peso, y las temperaturas están indicadas en grados Celsius.

E J E M P L O 1

10. 158 partes de naftoquinona, 60 partes de butadieno, 500 partes de nitrobenceno y 1 parte de p-terciario-butilpirocatequina son calentadas en autoclave cerrada durante 5 horas a 100 - 105°. Entonces es calentado en la autoclave, bajo separación por destilación del agua reaccional, a 200° y se mantiene durante 1½ horas a 200 - 210°. Entonces se deja enfriar hasta la completa cristalización de la antraquinona formada que es filtrada por aspiración y lavada con 50 partes de nitrobenceno. Los últimos restos del nitrobenceno son eliminados mediante destilación con vapor de agua. Después del secado se obtiene una antraquinona de alta pureza y en rendimiento elevado.

E J E M P L O 2

25. 3380 partes de una torta de presentado acuosa de naftoquinona que contiene 1810 partes (= 53,5%) de naftoquinona y 720 partes de butadieno, el cual como estabilizador contiene 12 partes de p-terciario-butilpirocatequina, son calentadas en 6000 partes de nitrobenceno durante 5 horas en la autoclave a 100 - 105° bajo agitación. Entonces es calentado bajo eliminación de agua por destilación dentro de 2 horas a 200 - 210° y se mantiene durante 1½ horas a esta temperatura. Seguidamente



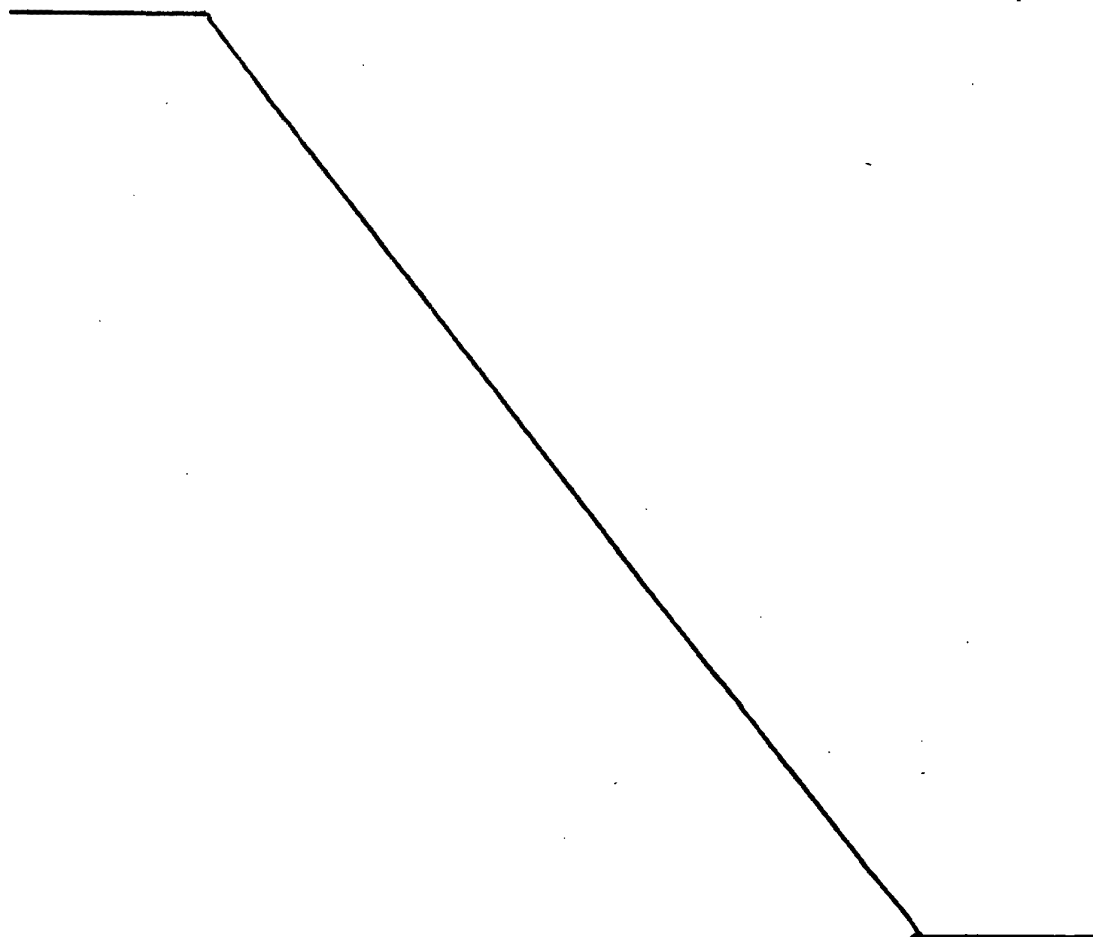
262895

es enfriado bajo agitación a temperatura ambiente. La antraquinona cristalizada en forma pura entonces es separada por filtración y la torta de filtración es posteriormente lavada dos veces con 600 partes de nitrobenceno. El nitrobenceno aun adherente a la antraquinona es eliminado mediante destilación con vapor de agua. Rendimiento: 2300 partes de antraquinona pura con un punto de solidificación de 283,9 a 284,0 grados.

5.

La invención, dentro de su esencialidad, puede ser desarrollada en otras formas de realización que difieran en detalle de la indicada a título de ejemplo, a las cuales alcanzará igualmente la protección que se recaba. Podrá, pues, realizarse con los medios y aparatos más adecuados, por quedar todo ello comprendido dentro del espíritu de las reivindicaciones.

10.





262895

N O T A

Descrito el objeto de la invención se declara nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridades suizas núms 81 342 del 1 de Diciembre de 1959 y 11185/60 del 5 de Octubre de 1960 existiendo en ambas unidad de invención:

5. 1. Procedimiento para la preparación de antraquinona, caracterizado porque se calienta 1,4-naftoquinona con butadieno en nitrobenceno hasta la formación de la tetrahidroantraquinona a temperaturas entre 70 - 120°, preferentemente entre 90 - 110° y sucesivamente hasta la formación de la antraquinona a temperaturas encima de 180°, preferentemente entre 190-210°.
10. 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se lleva a cabo la adición de dieno y la deshidrogenación en el mismo disolvente sin aislamiento de la tetrahidroantraquinona.
15. 3. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se utiliza por 1 mol de naftoquinona, aproximadamente un mol de butadieno.
20. 4. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque se opera en presencia de un inhibidor de polimerización.
25. 5. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3 caracterizado porque la naftoquinona es utilizada en forma de una torta de prensado acuosa.
6. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 5,

262895



caracterizado porque el agua presente en la mezcla reaccional durante la deshidrogenación y el agua y la anilina que se originan durante la reacción son continuamente eliminadas por destilación.

5. 7. Procedimiento para la preparación de antraquinona.

Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de seis hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

10. Madrid, a 30 de Noviembre de 1960.

CIBA SOCIETE ANONYME.

p. a.

JAI ME ISE RN MAR ALLES
P.P.