



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

197 873

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 17 05 78
(21) PV 3175-78

(51) Int. Cl. C 07 C 143/24

(40) Zveřejněno 31 08 79

(45) Vydáno 01 7 82

(75)
Autor vynálezu

VANŽURA JAN ing., PARDUBICE a KASAL JAROSLAV ing., KOJICE

(54)

Způsob izolace antrachinon-1-sulfokyseliny

1

Předmětem vynálezu je způsob izolace antrachinon-1-sulfokyseliny z roztoku vzniklého sulfonací antrachinonu působením olea za přítomnosti rtuti nebo jejích solí jako katalyzátoru a oddělením nezreagovaného antrachinonu vyloučeného přidávkem vody od kapalné fáze, vyloučením ve formě soli a filtrací.

Antrachinon-1-sulfokyselina je důležitým barvářským meziproduktem. Přípravuje se sulfonací antrachinonu působením olea za přítomnosti rtuti nebo jejích solí jako katalyzátoru sulfonace do polohy I. Při této sulfonaci probíhají rovněž vedlejší reakce, jejichž produktem je antrachinon-2-sulfokyselina a izomerní antrachinondisulfokyseliny.

Hlavní reakční produkt - antrachinon-1-sulfokyselina - se v průmyslových podmínkách izoluje ve formě omezeně rozpustné sodné, draselné nebo amonné soli. Izolace se provádí tak, že do roztoku, vzniklého po odstranění nezreagovaného antrachinonu vyloučeného ze sulfonační směsi přidávkem vody a filtrací, se vnesou látky obsahující sodný, draselný nebo amonný kation. Obvykle se používá koncentrovaného vodného roztoku chloridu sodného.

Na čistotu izolované antrachinon-1-sulfokyseliny má vliv obsah produktů vedlejších reakcí, tj. obsah antrachinon-2-sulfokyseliny a antrachinondisulfokyselin, který je bezprostředně ovlivněn především teplotou, při níž se provádí izolace vysrážené soli antrachinon-1-sulfokyseliny.

Při izolaci podle doposud známých postupů, například při izolaci antrachinon-1-sulfokyseliny ve formě sodné nebo amonné soli, dochází při poklesu teploty pod hodnotu 30 °C k vylučování sodné soli antrachinon-2-sulfokyseliny, která pak znečišťuje produkt a při dalším zpracování působí potíže.

Izolace ve formě draselné soli se provádí za teploty 60 °C. Antrachinondisulfokyseliny, které jsou při tomto způsobu izolace hlavní nečistotou, jsou za teploty 60 °C relativně dobře rozpustné. Draselná sůl je však dražší a při případném poklesu teploty při izolaci dojde k vyloučení nečistot.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob izolace antrachinon-1-sulfokyseliny, který je předmětem vynálezu a jehož podstata spočívá v tom, že se k roztoku vzniklému po oddělení nezreagovaného antrachinonu ze sulfonační směsi přidá za teploty 30 °C až bodu varu a za míchání nejprve látka obsahující kation NH_4^+ , jako vodný amoniak nebo chlorid amonný, v množství odpovídajícím 0,5 až 10 hmotnostních % NH_3 vztaženo na hmotnost zreagovaného antrachinonu, nečež se přidávkem činidla obsahujícího kation Na^+ , jako chloridu sodného, výhodně ve formě koncentrovaného vodného roztoku, srážení dokončí a vyloučená směs antrachinon-1-sulfonanu sodného a amonného se oddělí od kapalné fáze.

Při tomto postupu se nežádoucí antrachinon-2-sulfokyselina v první fázi převede na amonnou sůl, která je ve srovnání se sodnou, popřípadě draselnou solí více rozpustná. Tím dochází k jejímu vyloučení a tím k znečištění hlavního produktu mnohem obtížněji.

Způsobem podle vynálezu vysrážená sůl antrachinon-1-sulfokyseliny neobsahuje ani po několikadenním stání ve formě suspenze (bez filtrace) při teplotě 25 °C žádnou antrachinon-2-sulfokyselinu, zatímco při postupu doposud používaném se již během několika hodin za stejných podmínek vylučuje sodná sůl antrachinon-2-sulfokyseliny, která znečišťuje produkt. To znamená, že způsob podle vynálezu umožňuje filtraci za teplot nižších nežli doposud, neboť nehrozí nebezpečí znečištění, naopak se vliv nižší teploty při filtraci kladně projeví ve výtěžnosti.

Vlivem přidávky činidla obsahujícího kation NH_4^+ se vytvářejí zárodky krystalů amonné soli antrachinon-1-sulfokyseliny, což je základ k vytvoření velmi dobré krystalické formy konečné suspenze. Filtrační vlastnosti pevné fáze kolísají mnohem méně nežli při srážení například samotným činidlem s kationem Na^+ .

Další významnou výhodou z hlediska provozní praxe je skutečnost, že suspenze soli antrachinon-1-sulfokyseliny připravená podle vynálezu je méně citlivá k vyloučení soli antrachinon-2-sulfokyseliny při případném předávkování srážecího činidla s kationem Na^+ . Tato okolnost se projeví příznivě například při promývání koláče na filtru, které se provádí 5%ním roztokem NaCl .

Pro bližší objasnění podstaty vynálezu je dále uveden příklad provedení.

210 g antrachinonu se sulfonuje 238 g 25%ního olea po dobu 1,5 hodin při teplotě 130 °C. Jako katalyzátoru sulfonace do polohy 1 se použije 1,1 g kovové rtuť.

Po skončení sulfonace se nezreagovaný antrachinon vyloučí přidávkem 650 ml horké vody. Pevný antrachinon se odfiltruje, koláč na filtru se promyje horkou vodou do celkového objemu

filtrátů 1 500 ml. K filtrátům se při teplotě 50 až 60 °C přidá za míchání 15 ml 26%ního vodného amoniaku. Srážení se dokončí při téže teplotě za míchání pomalým přikapáváním 150 ml 25%ního vodného roztoku chloridu sodného.

Vysrážená antrachinon-1-sulfokyselina ve formě sodné a amonné soli se filtruje při teplotě 25 až 30 °C. Koláč na filtru se promyje 2%ním vodným roztokem chloridu sodného do neutrality. Výtěžek činí 67 až 68 % teorie, počítáno na zreagovaný antrachinon, který je porovnatelný s výtěžky dosahovanými doposud známými postupy. Pokud se týká kvality získané antrachinon-1-sulfokyseliny je nesporně lepší, neboť neobsahuje žádný 2-izomer ani disulfokyselinu, jak bylo chromatograficky ověřeno.

P R E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob izolace antrachinon-1-sulfokyseliny z roztoku vzniklého sulfonací antrachinonu působením olea za přítomnosti rtuti nebo jejích solí jako katalyzátoru a oddělením nezreagovaného antrachinonu vyloučeného přidavkem vody od kapalně fáze, vyloučením ve formě soli a filtrací, vyznačující se tím, že se k roztoku o teplotě 30 °C až bodu varu přidá za míchání nejprve látka obsahující kation NH_4^+ , jako vodný amoniak nebo chlorid amonný, v množství odpovídajícím 0,5 až 10 hmotnostních % NH_3 vztaženo na hmotnost zreagovaného antrachinonu, načež se přidavkem činidla obsahujícího kation Na^+ , jako chloridu sodného, výhodně ve formě koncentrovaného vodného roztoku, srážení dokončí a vyloučená směs antrachinon-1-sulfonanu sodného a amonného se oddělí od kapalně fáze.