



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU 197 134

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 28 07 78
(21) PV 4995-78

(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁷ C 07 C 143/24

(40) Zveřejněno 31 07 79
(45) Vydáno 30 04 82

(75)

Autor vynálezu ADLER GAD ing., BOHDANEČ, ŠVESTKA VLADIMÍR ing., RYBITVÍ,
KULHÁNEK JOSEF a KUTILOVÁ ZDENA, PARDUBICE

(54) Způsob přípravy antrachinon-2-sulfonanu soďného

1

Vynález se týká způsobu přípravy antrachinon-2-sulfonanu soďného. Antrachinon-2-sulfonan soďný, jeden ze základních barvářských polotovarů antrachinonové řady se ve světě vyrábí sulfonací antrachinonu. Slouží k výrobě dalších polotovarů, například 2-aminoantrachinonu nebo k přípravě 2-chlorantrachinonu.

Jak je všeobecně známo, použije-li se při sulfonaci antrachinonu malého množství rtuti či jiných jejích sloučenin, vznikne 1-isomer antrachinonsulfokyseliny. Antrachinon-1-sulfonan soďný je pro výrobu antrachinonových barviv ještě významnějším výchozím polotovarem, než 2-isomer. Avšak nutnost použití rtuti při jeho výrobě působí mimořádné hygienické a ekologické komplikace. Proto se ve světě objevují snahy vypracovat novou metodu výroby antrachinon-1-sulfokyseliny a resp. její soďné soli bez použití rtuti. Právěpodobně jedinou možností je metoda spočívající v sulfonaci antracenu a oxidaci antracensulfokyselin. Sulfonace antracenu a oxidace antracen-1-sulfokyseliny na antrachinon-1-sulfokyselinu byly již předmětem čs. autorského osvědčení 165 226 a 162 844 a DOS 2 600 332. Při sulfonaci antracenu vzniká však i určitý podíl antracen-2-sulfokyseliny, ze které je možno oxidací připravit antrachinon-2-sulfokyselinu. Separace 1- a 2-sulfokyselin antracenu je snadná a dokonalá (čs. autorské osvědčení 154 534).

Určitou komplikaci představuje skutečnost, že část produktu sulfonace antracenu, která se získá po oddělení 1-isomeru, je směsí antracen-2-sulfokyseliny a nezreagovaného antracenu.

Předmětem vynálezu je způsob oxidace této tzv. beta frakce, oddělení nezreagovaného antracenu a získání antrachinon-2-sulfonanu soďného.

Způsob přípravy antrachinon-2-sulfonanu sodného podle vynálezu spočívá v tom, že se beta frakce sulfonace antracenu oxiduje chlореčnanem sodným v prostředí 7% kyseliny dusičné, vzniklý antrachinon se odfiltruje a z filtrátu se vysolí antrachinon-2-sulfonan sodný. Před filtrací antrachinonu je výhodné reakční směs poněkud naředít, aby se z restoku nevylučoval během filtrace antrachinon-2-sulfonan sodný. Zahájení oxidační reakce je nutno provádět opatrně, jinak reakční směs silně pění. Proto je výhodné provedení reakce při postupně se zvyšující reakční teplotě.

Oxidaci je možno provádět i v nepřítomnosti chlореčnanu sodného, pouze účinkem HNO_3 , avšak způsob s použitím chlореčnanu je optimální.

Příklad

Do baňky bylo nasazeno 1 000 ml vody, 122,5 g kyseliny dusičné 65% a 138,7 g beta frakce obsahující 67% antracen-2-sulfonanu sodného a 23,5% antracenu. Dále bylo přidáno 66,75 g chlореčnanu sodného. Směs byla za míchání udržována 1 hodinu na teplotě 80 až 85° C, jednu hodinu na teplotě 90 až 93° C - další tři hodiny za varu. Pak byla směs naředěna 500 ml horké vody a zfiltrována. Koláč promyt 500 g horké vody. Filtrát byl vrácen do kádinky a po vyhřátí na 90° C vysolen přídatkem 250 g chloridu sodného antrachinon-2-sulfonan sodný. Produkt byl odfiltrován při 45° C a promyt 1 000 ml 5% roztoku NaCl. Získáno po usušení 102,1 g antrachinon-2-sulfonanu sodného o čistotě 76,03% (polarograficky), což odpovídá výtěžku 75,4% teorie.

P R E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob přípravy antrachinon-2-sulfonanu sodného oxidací antracen-2-sulfokyseliny z reakční směsi po sulfonaci antracenu vyznačený tím, že se beta frakce produktu sulfonace antracenu oxiduje v prostředí 7% kyseliny dusičné, popřípadě za přítomnosti chlореčnanu sodného, při teplotě 75 až 95° C, směs se zředí vodou do koncentrace 7,5% účinné složky provede se filtrace a z filtrátu se přídatkem NaCl vysolí antrachinon-2-sulfonan sodný.