



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

225 285

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 13 05 82
(21) PV 3480-82

(51) Int. Cl.³ C 07 C 50/26

(40) Zveřejněno 27 05 83
(45) Vydáno 01 07 85

(75)
Autor vynálezu

KYŘEŇA ZDENĚK, PARDUBICE
KASAL JAROSLAV ing., KOJICE
SOTONA VLADIMÍR ing.
ŠIKOLOVÁ JANA, PARDUBICE

(54) Způsob přípravy fenoxyantrachinonu a difenoxyantrachinonu

1

Vynález se týká způsobu výroby fenoxý a difenoxyantrachinonu fenoxylací příslušných chlorderivátů antrachinonu.

Difenoxyantrachinony jsou důležitými barvářskými meziprodukty pro výrobu disperzních barviv modrých odstínů. V literatuře je popsáno několik způsobů přípravy difenoxyantrachinonů. Tak např. jap. patent 23960 popisuje přípravu difenoxyantrachinonu fenoxylací dinitroantrachinonu v tavenině fenolu za přítomnosti alkalického hydroxidu a olovnaté soli kyseliny fosforečné. Podobný způsob přípravy, rovněž z dinitroantrachinonu, je popsán v popisu vynálezu k jap. patentu č. 108 883. Ve zveřejněné přihlášce vynálezu DOS č. 2 238 334 se popisuje způsob přípravy difenoxyantrachinonu z dinitroantrachinonu reakcí ze směsi fenolu, dimethylformamidu a uhličitanu draselného při 140 až 150 °C. Další známý způsob výroby spočívá v tom, že se provede fenoxylace dichlorantrachinonu fenolátem v prostředí nadbytku fenolu při teplotě cca 170 °C a hotový produkt se izoluje krystalizací z etanolu. Tento postup je energeticky vysoce náročný, pracný, vyžaduje filtraci z organických rozpouštědel a odstranění přítomných minerálních solí vyvážkou ve zředěném roztoku alkálie, regeneraci fenolu a etanolu, navíc je nevýhodný i z hlediska ekologického, neboť na 1 t produktu odpadá cca 0,800 t prakticky nezpracovatelných destilačních zbytků. Výhodnější jak z ekonomického, tak i ekologického

hlediska je postup, uvedený v popisu k AO č. 216 639.

Nevýhody původního postupu přípravy na fenolu odstraňuje a další zlepšení ekonomické i ekologické stránky přípravy postupu v organických rozpouštědlech přináší způsob přípravy fenoxu a difenoxyantrachinonu podle tohoto vynálezu.

Podstata vynálezu spočívá v tom, že se do fenolátu alkalického kovu po přídavku 1,1 až 2,3 dílů vody nebo vody s obsahem fenolu z předchozí operace o teplotě 60 až 85 °C vnese 1,1 až 2,8 dílů uhličitany nebo hydrogenuhličitany draselného, přidá se 1 až 2,5 dílů chlorantrachinonu nebo dichlorantrachinonu, vztaženo na 1 díl fenolu, reakční směs se vyhřeje na teplotu 110 až 150 °C, načež se provede izolace produktu.

Výhodou postupu dle vynálezu je použití téměř teoretického množství fenolu oproti dřívějšímu 750 až 800 % teorie, úspora rozpouštědel, a tím i speciálního zařízení pro práci s nimi, odpadá jejich destilace, regenerace. Reakce probíhá ve vodném prostředí bez nároků na spec. aparaturní uspořádání, snižuje se pracnost a energetická náročnost, zkrátí se výrobní cyklus. Výtěžek produktu je vyšší než u původní přípravy ve fenolu a krystalizací s etanolem a je srovnatelný s přípravou v organickém rozpouštědle.

Pro bližší objasnění podstaty vynálezu jsou dále uvedeny příklady provedení:

Příklad 1 - příprava 1,5-difenoxyantrachinonu

Do 52 dílů fenolu se vnese 22 dílů hydroxidu sodného při teplotě 70 až 80 °C. Po rozpuštění se přidá 60 dílů horké vody o teplotě 70 až 80 °C a postupně se vnese 58 dílů uhličitany draselného a 70 dílů 1,5-dichlorantrachinonu. Reakční směs se pozvolna vyhřeje pod zpětným chladičem na 120 až 125 °C. Reakce je ukončena za 3 až 5 hodin s následnou filtrací při 50 až 60 °C, promytím a sušením. Fenol z odpadních vod se izoluje ve formě fenolformaldehydové pryskyřice známým způsobem. Získá se 91 dílů 1,5-difenoxyantrachinonu, což odpovídá 91,9 % teorie. Kvalita získaného produktu odpovídá literárním údajům.

Příklad 2 - příprava 1,8-difenoxyantrachinonu

Do 57 dílů fenolu se vnese 34 dílů hydroxidu draselného při 70 až 80 °C. Po rozpuštění se přidá 80 dílů 70 až 80 °C horké vody nebo 80 dílů 70 až 80 °C horkého destilátu z předchozí operace (se známým obsahem fenolu, o který se upraví vstupní díly fenolu) a postupně se vnese 128 dílů uhličitany draselného a 70 dílů 1,8-dichlorantrachinonu. Směs se pozvolna pod zpětným chladičem zahřeje na teplotu 130 až 140 °C. Po 3 až 6 hodinách reakce je ukončena. Po izolaci se získá produkt o sušině 94 až 98 %. Fenol z odpadních vod se izoluje ve formě fenolformaldehydových pryskyřic. Získá se 90 dílů 1,8-difenoxyantrachinonu, tj. 90,8 % teorie. Kvalita odpovídá literárním údajům.

Příklad 3 - příprava směsného difenoxyantrachinonu

Do 65 dílů fenolu se vnese 39 dílů hydroxydu draselného při 70 až 80 °C. Po rozpuštění se přidá 90 dílů 70 až 80 °C horké vody a 140 dílů uhličitane draselného a 70 dílů směsného dichlorantrachinonu (přípraveného chlorací roztoku sulfokyselin a disulfokyselin připravených disulfonací entrachinonu nebo jinak uměle připravená směs jednotlivých izomérů chlorantrachinonu). Reakční směs se zvolna vyhřeje na teplotu 125 až 130 °C pod zpětným chladičem. Po 5 až 9 hodinách je reakce ukončena. Proveďte se izolace produktu. Fenol z odpadních vod se izoluje ve formě fenolformaldehydové pryskyřice. Získá se 81,2 dílů směsného difenoxyantrachinonu, tj. 82 % teorie. Kvalita odpovídá literárním údajům.

Příklad 4 - příprava 1-fenoxyantrachinonu

Do 30 dílů fenolu se vnese 18 dílů hydroxidu draselného při teplotě 70 až 80 °C. Po rozpuštění se přidá 70 dílů 70 až 80 °C horké vody a 61 dílů uhličitane draselného, vyhřeje se na 85 až 95 °C a vnese se 70 dílů 1-chlorantrachinonu. Reakční směs se vyhřeje na 120 °C pod zpětným chladičem. Po skončení reakce se přidá 15 dílů kyseliny borité a provede se izolace. Získá se 83 dílů 1-fenoxyantrachinonu, tj. 95,6 % teorie.

P R Ě D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob přípravy fenoxyantrachinonu a difenoxyantrachinonu reakcí chloreantrachinonu nebo dichloreantrachinonu s fenolátem alkalického kovu, vyznačující se tím, že se do fenolátu alkalického kovu po přidavku 1,1 až 2,3 dílů vody nebo vody s obsahem fenolu z předchozí operace o teplotě 60 až 85 °C vnese 1,1 až 2,8 dílů uhličitane nebo hydrogen-uhličitane draselného, přidá se chloreantrachinon nebo dichloreantrachinon v množství 1 až 2,5 dílů vztaženo na 1 díl fenolu, reakční směs se vyhřeje na teplotu 110 až 150 °C, nečež se provede izolace produktu.