



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

**218513**  
(11) (B1)

(51) Int. Cl.<sup>3</sup>  
C 07 C 97/24

(22) Přihlášeno 28 08 81  
(21) (PV 6391-81)

(40) Zveřejněno 25 06 82

(45) Vydáno 15 03 85

(75)

Autor vynálezu

MATOULEK JAROSLAV dipl. tech., ŽALOUDEK JOSEF,  
LOUDA MIROSLAV ing., ÚSTÍ nad LABEM

## (54) Způsob výroby 2-aminoantrachinonu

1

2

Vynález se týká výroby 2-aminoantrachinonu amonolýzou antrachinonu-2-sulfonanu sodného, přičemž se vznikající siřičitanový anion odstraňuje oxidací na síran substituovanými nitrobenzeny, obsahující substituenty v poloze 2 (alkyl do C<sub>3</sub>, chlor, -COOX nebo -SO<sub>3</sub>X skupinu, kde X je kation alkalického kovu nebo amonium), eventuálně v polohách 3 (skupina -COOX) a 5 (nitroskupina, skupina -COOX nebo -SO<sub>3</sub>X, kde X má výše uvedený význam).

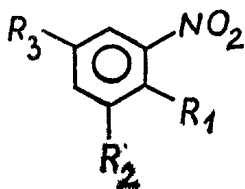
Vynález se týká způsobu výroby 2-aminoantrachinonu amonolýzou antrachinon-2-sulfonanu sodného.

Při výrobě 2-aminoantrachinonu amonolýzou antrachinon-2-sulfonanu sodného se reakcí vznikající siřičitanový anion, který způsobuje vznik vedlejších látek, odstraňuje oxidací na síranový anion. Dosud se k jeho oxidaci používá především hydrogenarseničnan sodný. Reakce se provádí při teplotě 190 až 210 °C ve vodném amoniakálním prostředí při tlaku 3,8 až 5 MPa a docíluje se vysoké výtěžnosti, až 90 % teorie na antrachinon-2-sulfonan sodný. Rovněž kvalita získaného 2-aminoantrachinonu je velmi dobrá a obsah 2-aminoantrachinonu v usušeném produktu dosahuje až 98 %. Zásadní nevýhodou tohoto postupu je skutečnost, že hydrogenarseničnan sodný, jakož i reakcí vzniklý arseničnan sodný, jsou zvlášť nebezpečnými jedy. Po ukončení reakce a separaci 2-aminoantrachinonu je nezbytné dokonale odstranit z matečných louhů a promývacích vod výše uvedené sloučeniny arsenu. Tato operace vyžaduje další výrobní zařízení a s tím spojené náklady na její provozování. Získané pevné sloučeniny ve vodě nerozpustného sírníku arsenitého nebo arseničnanu vápenatého jsou z hlediska ekologie nežádoucím odpadem. Proto byla navržena jiná oxidační činidla.

Použití 3-nitrobenzensulfonanu sodného jako oxidačního činidla místo hydrogenarseničnanu sodného vede ke snížení výtěžnosti 2-aminoantrachinonu až o 30 % teorie na antrachinon-2-sulfonan sodný.

V literatuře je popsáno použití celé řady anorganických oxidovadel, např. oxid měďnatý, síran měďnatý, dusičnan draselný, chlorečnan draselný, dvojchroman draselný, oxid manganitý, která při amonolýze antrachinon-2-sulfonanu sodného poskytují nízkou výtěžnost 2-aminoantrachinonu a jeho zhoršenou kvalitu.

Uvedené nevýhody lze odstranit způsobem výroby 2-aminoantrachinonu amonolýzou antrachinon-2-sulfonanu sodného podle tohoto vynálezu. Tetno způsob spočívá v tom, že se během reakce vznikající siřičitanové anionty oxidují nitrosloučeninami obecného vzorce



kde

$R_1 = -Cl, 1-3 \text{ C alkyl}, -COOX, -SO_3X$

$R_2 = -H, -COOX$

$R_3 = -H, -NO_2, -COOX, -SO_3X, \text{ a}$

$X = Na^+, K^+, Li^+, NH_4^+,$

které se do reakční směsi uvádějí v množství 0,16 až 0,8 molu na 1 mol antrachinon-

-2-sulfonanu sodného.

Postupem podle vynálezu lze připravit 2-aminoantrachinon ve vysokém výtěžku a velmi dobré kvalitě. Postup podle vynálezu nemá nevýhody dosud používané technologie, pracující s hydrogenarseničnanem sodným.

Příklady provedení

Uváděné díly se rozumí díly hmotnostní.

Příklad 1

Do 330 dílů vody a 718 dílů 26% vodného roztoku čpavku se za míchání přidá

324,7 dílu 77% antrachinon-2-sulfonanu sodného. Takto získaná suspenze se vnese do autoklávu a přidá se

100,0 dílu 52,6% 2,4-dinitrobenzensulfonanu sodného a

133,3 dílu chloridu amonného.

Obsah autoklávu se za míchání vyhřeje na teplotu 190 °C. Obsah autoklávu se udržuje za míchání po dobu 7 hodin v teplotním rozmezí 190 až 200 °C a tlaku 4 až 4,8 MPa. Po ochlazení obsahu autoklávu, za současného oddestilování čpavku, se vodou zředěná suspenze při teplotě 90 °C filtruje a dále promyje 90 °C teplou vodou do vymytí nečistot.

Po usušení se získá 153,7 dílu 95% 2-aminoantrachinonu, tj. 81,2 % teorie na antrachinon-2-sulfonan sodný.

Příklad 2

Do míchaného autoklávu se předloží

342,4 dílu 73% antrachinon-2-sulfonanu sodného,

785,0 dílu 28% čpavkové vody,

111,0 dílu chloridu amonného,

68,5 dílu 2-nitrotoluenu a

200,0 dílu vody.

Obsah autoklávu se vyhřeje na teplotu 188 až 192 °C a na této teplotě se udržuje po dobu 14 hodin při tlaku 4,6 až 5 MPa. Z reakční hmoty se během dochlazování a po zředění 800 díly vody oddestilovává čpavek, 2-nitrotoluen a 2-toluidin. Po filtraci a promytí se získá 16,5 dílu 99% 2-aminoantrachinonu, což odpovídá 90,8 % teorie na antrachinon-2-sulfonan sodný. Dále se zpětně po rozdělení získá 27 dílů 2-toluidinu a 10 dílů 2-nitrotoluen. Získaný 2-nitrotoluen je možno vracet zpět do reakce.

Příklad 3

K 785 dílům 28% vodného roztoku čpavku se za míchání přidá 342 dílů 73% antrachinon-2-sulfonanu sodného. Získaná suspenze se vnese do autoklávu. Pak se přidá

suspenze připravená z 200 dílů vody, 106,9 dílu 69% 2-nitrobenzensulfochloridu zmýdelněného na 2-nitrobenzensulfonan sodný 26,7 díly hydroxidu sodného, který tvoří roztok ve 40 dílech vody. Po přidání 111 dílů chloridu amonného se obsah autoklávu udržuje po dobu 2 hodin na teplotě 180 °C a potom 13 hodin na teplotě 190 °C a tlaku 4,0 až 4,8 MPa.

Po ochlazení obsahu autoklávu za současného oddestilování čpavku se 500 díly vroucí vody zředěné suspenze při teplotě 90 °C filtruje a promyje 90 °C horkou vodou do vymytí nečistot. Po usušení se získá 169,5 dílu 2-aminoantrachinonu 97,8%, což odpovídá 92,3 % teorie na antrachinon-2-sulfonan sodný.

#### Příklad 4

Do míchaného autoklávu se předloží

353,1 dílu 70,8% antrachinon-2-sulfonanu sodného, dále  
572,0 dílu 35% vodného čpavku,  
111,0 dílu chloridu amonného,  
170,92 dílu 54,2% 2-nitrotoluen-4-sulfonanu sodného a  
270,0 dílu vody.

Obsah autoklávu se za míchání udržuje na teplotě 180 °C po dobu dvou hodin a po dobu 16 hodin na teplotě 190 °C a tlaku kolem 4,3 MPa.

Po izolaci a usušení se získá 162 dílů 98% 2-aminoantrachinonu, tj. 88,3 % teorie na antrachinon-2-sulfonan sodný.

#### Příklad 5

Do míchaného autoklávu se předloží

411 dílů 73% antrachinon-2-sulfonanu sodného,  
718 dílů 30% čpavkové vody,

133 dílů chloridu amonného a  
373 dílů 32% 3-nitro-1,2-ftalové kyseliny.

Obsah autoklávu se za míchání udržuje na teplotě 180 °C po dobu 3 hodiny, pak na teplotě 190 až 195 °C po dobu 12,5 hodin při tlaku 4 až 5 MPa a nakonec na teplotě 195 až 200 °C po dobu 2 hodin.

Po izolaci se získá 187 dílů 96% 2-aminoantrachinonu, tj. 83,2 % teorie na antrachinon-2-sulfonan sodný.

#### Příklad 6

Do míchaného autoklávu se předloží

353,1 dílu 70,8% antrachinon-2-sulfonanu sodného,  
572,0 dílu 35% vodného čpavku,  
111,0 dílu chloridu amonného,  
70,0 dílu 3-nitro-1,4-ftalové kyseliny 98% a  
295,0 dílu vody.

Obsah autoklávu se za míchání udržuje na teplotě 190 °C po dobu 17 hodin.

Po izolaci se získá 164 dílů 96% 2-aminoantrachinonu, tj. 87,5 % teorie na antrachinon-2-sulfonan sodný.

#### Příklad 7

Do míchaného autoklávu se předloží

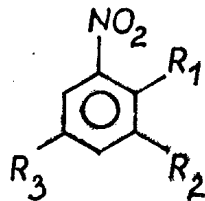
411 dílů 73% antrachinon-2-sulfonanu sodného,  
718 dílů 30% čpavkové vody,  
40,5 dílu 2,4-dinitrochlorbenzenu,  
133 dílů chloridu amonného a  
200 dílů vody.

Obsah autoklávu se za míchání udržuje na teplotě 190 °C po dobu 16 hodin a tlaku 4,0 až 4,8 MPa.

Po izolaci a usušení se získá 198 dílů 98% 2-aminoantrachinonu, tj. 89,9 % teorie na antrachinon-2-sulfonan sodný.

### PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob výroby 2-aminoantrachinonu amonolýzou antrachinon-2-sulfonanu sodného, vyznačený tím, že se během reakce vznikající siřičitanové ionty oxidují nitrosloučeninami obecného vzorce



kde

R<sub>1</sub> = -Cl, alkyl C<sub>1</sub> až C<sub>3</sub>, -COOX, SO<sub>3</sub>X,

R<sub>2</sub> = -H, -COOX

R<sub>3</sub> = -H, -NO<sub>2</sub>, -COOX, -SO<sub>3</sub>X, a

X = Na<sup>+</sup>, K<sup>+</sup>, Li<sup>+</sup>, NH<sub>4</sub><sup>+</sup>,

které se do reakční směsi uvádějí v množství 0,16 až 0,8 molu na 1 mol antrachinon-2-sulfonanu sodného.