

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

247987

(11)

(B1)

(22) Přihlášeno 14 06 85
(21) PV 4326-85

(51) Int. Cl.⁴
C 07 C 143/36

(40) Zveřejněno 12 06 86
(45) Vydáno 15 12 87

(75)
Autor vynálezu

ŽALOUDEK JOSEF dipl. tech., URBÍK JOSEF
MATOULEK JAROSLAV dipl. tech., USTÍ nad Labem

(54) Způsob přípravy antrachinon-2-sulfonanu sodného

Řešení se týká samostatné přípravy antrachinon-2-sulfonanu sodného nekatalytickou sulfonací antrachinonu.

Při sulfonaci se do reakční směsi přidá technická směs obsahující antrachinon-2-sulfonan sodný, antrachinon-2,6-disulfonan dvojsodný, antrachinon-2,7-disulfonan dvojsodný a síran sodný.

Výhody tohoto postupu jsou především v získání vyššího výtěžku získaného antrachinon-2-sulfonanu sodného. Důležitou skutečností je to, že čistota získaného produktu je stejná jako při dříve známých postupech.

Vynález se týká způsobu přípravy antrachinon-2-sulfonanu sodného sulfonací antrachinonu. Tato látka slouží jako výchozí barvářský polotovár k dalším syntézám.

Příprava antrachinon-2-sulfonanu sodného spočívá v částečné sulfonaci antrachinonu oleem. Při této sulfonaci vzniká z antrachinonu asi 80 % teorie antrachinon-2-sulfonové kyseliny a z ní dále 10 % teorie antrachinon-2,7-disulfonové kyseliny a 10 % teorie antrachinon-2,6-disulfonové kyseliny.

Tento poměr mezi mono a disulfonovými kyselinami vzniká při konverzi antrachinonu 45 až 50 % je optimální pro výrobu antrachinon-2-sulfonanu sodného. Nekonvertovaný, t.j. nezreagovaný antrachinon se po zředění sulfonační masy oddělí a po usušení se vrací k následné sulfonaci.

Z louhů po oddělení antrachinonu se vyloučí antrachinon-2-sulfonan sodný, který se stejně jako antrachinon oddělí filtrací a dočistí promytím vodou. Získaný matečný louh se stává obtížně likvidovatelným odpadem s ohledem na biologickou neodbouratelnost antrachinonsulfonových kyselin či jejich solí. Výtěžnost při tomto postupu je kolem 78 % teorie na konvertovaný antrachinon.

Lepší využití antrachinonu dává postup podle AO č. 209 607, kde je navržen společný způsob přípravy antrachinon-2-sulfonanu sodného, spolu s přípravou antrachinon-2,6-disulfonanu dvojsodného. Tento způsob je založen na tom, že se z matečných louhů po izolaci antrachinon-2-sulfonanu sodného, který byl připraven vyšší konverzí antrachinonu, izoluje směs antrachinon-2-sulfonanu sodného spolu s antrachinon-2,6-disulfonatem dvojsodným. Tato směs se podrobí další totální sulfonaci, z které se nakonec izoluje antrachinon-2,6-disulfonan dvojsodný. Míra využitelnosti tohoto postupu je dána potřebou obou sulfokyselin.

Poněvadž spučasná potřeba antrachinon-2,6-disulfonanu dvojsodného je více než o řád nižší, než potřeba antrachinon-2-sulfonanu sodného, je míra využitelnosti tohoto postupu nízká.

Nyní byl nalezen sulfonační postup samostatné přípravy antrachinon-2-sulfonanu sodného nekatalytickou sulfonací antrachinonu vyznačený tím, že se do sulfonační směsi přidá usušená, z odpadních matečných louhů po izolaci antrachinon-2-sulfonanu sodného získaná, technická směs antrachinon-2-sulfonanu sodného a antrachinon-2,6-disulfonanu dvojsodného v množství do 25 % hmotnostních na nasazený antrachinon.

Tato technická směs obsahuje ještě malé množství antrachinon-2,7-disulfonanu dvojsodného a z anorganických složek síran sodný. Při tomto postupu, který je podrobněji popsán v příkladech se optimum konverze pohybuje mezi 45 až 60 % a výtěžnost antrachinon-2-sulfonanu sodného se zvyšuje až o 10 % teorie na zkonvertovaný antrachinon.

Výhody tohoto postupu jsou především tedy ve vyšší výtěžnosti, z čehož plyne i snížení obsahu nežádoucích biologicky neodbouratelných antrachinonsulfonových kyselin v odpadních matečných louhách, které proti stávajícímu postupu nejsou minerálně kyselé. Velmi důležitou skutečností je to, že čistota získaného antrachinon-2-sulfonanu sodného je stejná jako při dříve známých postupech.

P ř í k l a d 1

Do sulfonačního reaktoru se předložilo

656 g 21% olea (138 g SO_3) za stálého míchání se postupně dávalo 57 g odpadních antrachinonsulfonů z předchozího pokusu, který obsahoval 35 g antrachinon-2,6+2,7-disulfonů dvojsodných, 15 g antrachinon-2-sulfonanu sodného a 7 g síranu sodného.

Po přidávku

550 g antrachinonu se obsah sulfonoval po dobu 5 hodin při teplotě 150 až 155 °C.

Pak byla reakční hmota postupně zředěna 2 380 g vody. Vyloučený nezreagovaný antrachinon se

odfiltroval a promyl a usušil.

Zpět bylo získáno

250 g antrachinonu, což odpovídá konverzi 54,5 %

Po separaci antrachinonu se filtrát zneutralizoval při teplotě 92 až 95 °C 375 g 40% NaOH. Po krystalizaci ochlazením byl krystalický antrachinon-2-sulfonatan sodný odfiltrován a promyt vodou. Po usušení bylo získáno 402 g antrachinon-2-sulfonatanu sodného, t.j. 89,9 % teorie na zkonvertovaný antrachinon. Takto získaný antrachinon-2-sulfonatan sodný neobsahoval papírovou chromatografií prokazatelné nečistoty.

Filtrát a koncentrované promývací vody se při teplotě 80 °C zneutralizovaly na pH 7,5 843 g NaOH. Po ochlazení se odfiltrovalo 236 g vlhkého (sušina 36,9 %) produktu, který po usušení měl hmotnost 87 g.

Tento z odpadu získaný produkt obsahoval

48,2 g antrachinon-2,6+2,7-disulfonatanu dvojsodných,

20,0 g antrachinon-2-sulfonatanu sodného a

18,8 g síranu sodného.

Tento odpadní antrachinon sulfonatan byl použit v následném pokusu v příkladu 2.

P ř í k l a d 2

Postup sulfonace a izolace byl stejný jako v příkladu 1, pouze hmotnostní poměry látek do reakce vstupujících a z reakce vystupujících byly následující:

a) Sulfonace a izolace antrachinonu

724 g 21% olea (152 g SO₃)

85 g odpadních sulfokyselin z příkladu č.1

550 g antrachinonu, zředěno

2 500 g vody a získáno zpět

221 g antrachinonu, což odpovídá konverzi 59,8 %

b) Izolace antrachinon-2-sulfonatanu sodného

neutralizace

400 g 40% NaOH, získáno

433 g antrachinon-2-sulfonatanu sodného, což je 88 % teorie na zkonvertovaný antrachinon

c) Izolace odpadních antrachinonsulfonatanů

neutralizace na pH 7,7

920 g 40% NaOH po usušení získáno

80 g produktu o složení

51 g antrachinon-2,6+2,7-disulfonatanu dvojsodných

19 g antrachinon-2-sulfonatanu sodného a

16 g síranu sodného.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob přípravy antrachinon-2-sulfonatanu sodného nekatalytickou monosulfonací antrachinonu vyznačený tím, že se do sulfonační směsi přidává usušená, z odpadních matečných louhů po izolaci antrachinon-2-sulfonatanu sodného získaná, technická směs antrachinon-2-sulfonatanu sodného a antrachinon-2,6-disulfonatanu dvojsodného, antrachinon-2,7-disulfonatanu dvojsodného a síranu sodného v množství do 25 % hmotnostních na nasezený antrachinon.