



PATENTSCHRIFT 145 098

Ausschlusspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes zum Patentgesetz

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

			Int. Cl. ³
(11) 145 098	(44) 19.11.80	3(51) C 07 C 79/37 C 07 C 76/06	
(21) AP C 07 C / 214 637	(22) 26.07.79		
(31) 78 22217	(32) 27.07.78	(33) FR	

(71) siehe (73)

(72) Vallette, Maurice, FR

(73) Produits Chimiques Ugine Kuhlmann, Courbevoie, FR

(74) Patentanwaltsbüro Berlin, 1130 Berlin, Frankfurter Allee 286

(54) Verfahren zur Gewinnung von α,α' -Dinitroanthrachinonen mit hoher Reinheit

(57) Es wird ein Verfahren zur Gewinnung von hochreinen α,α' -Dinitroanthrachinonen ausgehend von einer bei der Dinitrierung von Anthrachinon anfallenden rohen Mischung beschrieben, gemäß dem man diese Mischung mit einem von einer Monocarbonsäure, einer Dicarbonsäure oder von Phosphorsäure abgeleiteten Ester mit einem Siedepunkt oberhalb 120 °C bei einer Temperatur zwischen 20 und 200 °C in Kontakt bringt, worauf man nach dem eventuellen Abkühlen die unlöslichen Anteile, die im wesentlichen aus den α,α' -Dinitroanthrachinonen bestehen, abtrennt.



B e s c h r e i b u n g

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Gewinnung oder Isolierung von hochreinen α, α' -Dinitroanthrachinonen (d.h. den 1,5- und 1,8-Isomeren).

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

5 Die Dinitrierung von Anthrachinon kann in Schwefelsäure durch Umsetzung mit Salpetersäure (siehe J. Chem. Soc. 117 (1920) 1001-1004; Hefti, Helv. Chem. Acta 14 (1931) 1404-1427; FR-PS 2 294 162 und FR-PS 2 151 965) oder in Salpetersäure (siehe Boettger und Pettersen,
10 Annalen 166 (1881) 154; DE-OS 23 06 611 und DE-OS 23 51 590) erfolgen.

Bei dieser Dinitrierung bilden sich unabhängig von der beschriebenen Verfahrensweise neben den gewünschten α, α' -Dinitroderivaten die α, β - und β, β' -Derivate
15 in nicht zu vernachlässigenden Mengen. Die 1,5- und 1,8-Dinitroanthrachinone sind wertvolle Zwischenprodukte für die Herstellung von Farbstoffen für natürliche und synthetische Fasern (siehe die Farbstoffe
20 der Colour Index Nummern 62 500, 64 500, 65 405, 65 415, 65 425, 69 015, 69 025 und 70 510). Damit die bei der Dinitrierung erhaltenen Produkte verwendet werden können, müssen sie von den darin enthaltenen 1,6-, 1,7-, 2,6- und 2,7-Isomeren befreit werden.

Für diese Trennung wurden verschiedene Verfahren vorgeschlagen:

- 5 a) Es wurde zunächst vorgeschlagen, das Material nach der Nitrierung zu filtrieren, um die Löslichkeit der α, β - und β, β' -Derivate in Schwefelsäure auszunützen (siehe die FR-Patentschriften 2 294 162 und 2 251 965). Diese Methode besitzt jedoch den Nachteil, daß nicht hinzunehmende Verluste der α, α' -Dinitroderivate auftreten.
- 10
- b) Es wurde weiterhin vorgeschlagen, das Produkt der Dinitrierung einer indirekten Sulfonierung mit einer wäßrigen Alkalimetallsulfitlösung zu unterwerfen, bei der die α, β - und β, β' -Derivate bevorzugt angegriffen werden (siehe die US-PS 2 309 708). Da diese Reaktion nicht selektiv ist, führt auch sie zu einem erheblichen Verlust an den α, α' -Derivaten.
- 15
- 20 c) Schließlich kann man die Trennung in der Weise bewirken, daß man die Dinitrierungsmischung mit Lösungsmitteln vom Typ der Kohlenwasserstoffe, der Äther oder der Säuren, in denen die α, α' -Derivate im wesentlichen unlöslich sind, behandelt (FR-PS 2 313 349).
- 25

Darlegung des Wesens der Erfindung

Es hat sich nunmehr überraschenderweise gezeigt, daß man die α, α' -Dinitroanthrachinone mit hoher Reinheit aus Mischungen isolieren kann, die neben den α, α' -Derivaten bis zu 50 Gew.-% α, β - und β, β' -Derivate
5 und gegebenenfalls Mononitroanthrachinon und Anthrachinon enthalten, indem man diese Mischungen mit einem organischen Lösungsmittel behandelt, in dem die α, α' -Derivate praktisch unlöslich sind, wenn man als
10 Lösungsmittel einen Ester verwendet, der von einer Monocarbonsäure, einer Dicarbonsäure oder Phosphorsäure abgeleitet ist und bei Atmosphärendruck einen Siedepunkt von mehr als 120°C und vorzugsweise von mehr als 170°C besitzt.

15 Gegenstand der Erfindung ist daher das Verfahren gemäß Hauptanspruch.

Die Unteransprüche 2 bis 8 betreffen besonders bevorzugte Ausführungsformen dieses erfindungsgemäßen Ver-
20 fahrens.

Als bei dem erfindungsgemäßen Verfahren zu verwendende Lösungsmittel kann man insbesondere nennen: Acetate, deren Esterkette 4 bis 13 Kohlenstoffatome auf-
25 weist; Phosphate, deren Esterketten jeweils 1 bis 7 Kohlenstoffatome aufweisen; Benzoate, deren Esterkette 1 bis 4 Kohlenstoffatome aufweist; Phthalate, deren

Esterketten jeweils 1 bis 13 Kohlenstoffatome aufweisen; Malonate, deren Esterketten jeweils 1 bis 4 Kohlenstoffatome aufweisen; und Methyl-acetylacetat und Äthyl-acetylacetat. Insbesondere kann man nennen die

5 Methyl-, Äthyl-, Butyl- und Tollyl-ester der Phosphorsäure; die Methyl- und Äthyl-ester der Benzoesäure; die Methyl-, Butyl-, Nonyl- und Tridecyl-ester der Phthalsäure; die Methyl- und Äthyl-ester der Malonsäure; Äthyl-acetylacetat; n-Butyl-acetat, Octyl-

10 acetat, Nonyl-acetat, Cyclohexyl-acetat und p-Tollyl-acetat; und Mischungen dieser Lösungsmittel. Aus technisch bedingten Gründen verwendet man vorzugsweise Dialkylphthalate, deren Alkylgruppen geradkettig oder verzweigt sind und 1 bis 13 Kohlenstoffatome aufweisen,

15 wobei aus wirtschaftlichen Gründen insbesondere die verzweigt-kettigen Phthalate bevorzugt sind, die von Oxo-Alkoholen abgeleitet sind.

Die zu reinigenden Mischungen können durch die Dinitrierung von Anthrachinon oder die Nitrierung von 1-Nitro-anthrachinon mit Salpetersäure gebildet sein, die gegebenenfalls in Gegenwart von Schwefelsäure durchgeführt worden ist. Es kann sich auch um synthetisch gebildete Mischungen handeln.

25

Zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens be-

handelt man die zu reinigende Mischung mit dem Lösungsmittel bei einer Temperatur zwischen 20 und 200°C und vorzugsweise zwischen 50 und 200°C, worauf man, gegebenenfalls nach dem Kühlen, die unlöslichen Anteile, die im wesentlichen aus den α, α' -Derivaten bestehen, unter Anwendung üblicher Verfahrensweisen, beispielsweise durch Filtration, abtrennt.

Es ist ersichtlich, daß die Behandlungstemperatur unterhalb des Siedepunkts des verwendeten Lösungsmittels liegen muß, wenn man nicht unter Druck arbeiten will. Die zu reinigende Mischung kann in das zuvor auf die für die Behandlung ausgewählte Temperatur erwärmte Lösungsmittel eingebracht werden. Man kann jedoch auch die zu reinigende Mischung in das kalte Lösungsmittel einbringen und dann bis zur gewünschten Temperatur erhitzen. Die Kontaktzeit zwischen dem oder den Lösungsmitteln und der zu reinigenden Mischung kann zwischen 30 Minuten und 15 Stunden variieren.

Im allgemeinen verwendet man das Lösungsmittel in einer Gewichtsmenge, die dem 2- bis 12-fachen und vorzugsweise dem 2- bis 6-fachen des Gewichts der zu reinigenden Mischung in trockenem Zustand entspricht. Diese Menge ist vorzugsweise umgekehrt proportional der Filtrationstemperatur.

Statt von einer zu reinigenden Mischung auszugehen,
die in trockenem Zustand vorliegt, kann man direkt
einen nach der Nitrierung gewonnenen Preßkuchen ver-
wenden und diesen durch Destillation in Gegenwart
5 des verwendeten Lösungsmittels entwässern.

Die Ausbeute der Behandlungsmaßnahmen kann durch
Rückführen und Wiederverwenden des Filtrats verbes-
sert werden.

10

Das nach der Filtration in dem Filterkuchen enthalte-
ne Lösungsmittel kann durch Waschen des Filterkuchens
mit anderen Lösungsmitteln, wie Methanol, Äthanol und
tert.-Butanol, entfernt werden.

15

Ausführungsbeispiele

Die folgenden Beispiele dienen der weiteren Erläuterung
der Erfindung.

B e i s p i e l 1

20

Unter Rühren bringt man 75 Gew.-Teile einer Mischung
aus Dinitroanthrachinonen der folgenden Zusammenset-
zung:

41,7 Gew.-% 1,5-Dinitroanthrachinon

37,8 Gew.-% 1,8-Dinitroanthrachinon

25

17,5 Gew.-% 1,6- und 1,7-Dinitroanthrachinon

3 Gew.-% 2,6- und 2,7-Dinitroanthrachinon, 1-Nitro-
anthrachinon und Anthrachinon

mit 300 Gew.-Teilen Dinonylphthalat in Kontakt. Man erhitzt auf 180°C und hält diese Temperatur während 2 Stunden aufrecht, wonach man auf 170°C abkühlen läßt und diese Temperatur während 30 Minuten beibehält.

- 5 Man filtriert anschließend über eine auf 170°C vorerhitzte Glasfritte, saugt ab, wäscht den Filterkuchen mit Methanol und trocknet bis zur Gewichtskonstanz bei etwa 60°C. Man erhält 53 Gew.-Teile einer Mischung aus 1,5-Dinitroanthrachinon und 1,8-Dinitroanthrachinon
- 10 (51,8 Gew.-% des 1,5-Isomeren und 45,1 Gew.-% des 1,8-Isomeren) mit einer Reinheit von 96,9 %, was einer Ausbeute von 86,1 % der Theorie entspricht.

B e i s p i e l 2

- 15 Wenn man in Beispiel 1 das Dinonylphthalat durch Dioctylphthalat ersetzt, so erzielt man identische Ausbeuten und Reinheiten.

B e i s p i e l 3

- 20 Wenn man in Beispiel 1 nur 225 Gew.-Teile Dinonylphthalat verwendet, so erhält man 56 Gew.-Teile einer Mischung aus 1,5-Dinitroanthrachinon und 1,8-Dinitroanthrachinon (51 Gew.-% des 1,5-Isomeren und 44,9 Gew.-% des 1,8-Isomeren) mit einer Reinheit von 95,9 %, was
- 25 einer Ausbeute von 90 % der Theorie entspricht.

Beispiel 4

Wenn man das Beispiel 3 mit Dioctylphthalat wiederholt, so erzielt man die gleiche Ausbeute bei identischer Reinheit.

5

Beispiel 5

Man wiederholt die Verfahrensweise von Beispiel 1, geht jedoch von einer Dinitroanthrachinon-Mischung der folgenden Zusammensetzung aus:

- 10 51,6 Gew.-% 1,5-Dinitroanthrachinon
 39,6 Gew.-% 1,8-Dinitroanthrachinon
 8,3 Gew.-% 1,6- und 1,7-Dinitroanthrachinon
 0,5 Gew.-% 2,6- und 2,7-Dinitroanthrachinon, 1-Nitroanthrachinon und Anthrachinon.

15

Man erhält 65,1 Gew.-Teile einer Mischung aus 1,5-Dinitroanthrachinon und 1,8-Dinitroanthrachinon (die 56,9 Gew.-% des 1,5-Isomeren und 40,7 Gew.-% des 1,8-Isomeren enthält) mit einer Reinheit von 97,6 %, was
20 einer Ausbeute von 92,8 % der Theorie entspricht.

Beispiel 6

Man arbeitet nach der Verfahrensweise von Beispiel 1, ersetzt jedoch das Dinonylphthalat durch Dimethylphthalat und geht von einer Dinitroanthrachinon-Mischung
25 der folgenden Zusammensetzung aus:

2478.C.

30,2 Gew.-% 1,5-Dinitroanthrachinon
60,6 Gew.-% 1,8-Dinitroanthrachinon
7 Gew.-% 1,6- und 1,7-Dinitroanthrachinon
2,2 Gew.-% 2,6- und 2,7-Dinitroanthrachinon, 1-Nitro-
5 anthrachinon und Anthrachinon.

Man erhält 31,5 Gew.-Teile einer Mischung aus 1,5-Di-
nitroanthrachinon und 1,8-Dinitroanthrachinon (die
54,5 Gew.-% des 1,5-Isomeren und 45 Gew.-% des 1,8-Iso-
10 meren enthält) mit einer Reinheit von 99,5 %, was ei-
ner Ausbeute von 46 % der Theorie entspricht.

Beispiel 7

Man wiederholt die Maßnahmen des Beispiels 1, mit dem
15 Unterschied, daß man Dinonylphthalat durch Dimethyl-
phthalat ersetzt und auf 70°C abkühlt und bei dieser
Temperatur filtriert. Man erhält 51 Gew.-Teile einer
Mischung aus 1,5-Dinitroanthrachinon und 1,8-Dinitro-
anthrachinon (die 54 Gew.-% des 1,5-Isomeren und 44,2
20 Gew.-% des 1,8-Isomeren enthält) mit einer Reinheit
von 98,2 %, was einer Ausbeute von 84 % der Theorie
entspricht.

Beispiel 8

25 Wenn man in Beispiel 1 das Dinonylphthalat durch Di-
äthylphthalat ersetzt, erhält man 31,8 Gew.-Teile ei-
ner Mischung aus 1,5-Dinitroanthrachinon und 1,8-Di-

nitroanthrachinon (die 80,5 Gew.-% des 1,5-Isomeren und 17,8 Gew.-% des 1,8-Isomeren enthält) mit einer Reinheit von 98,2 %, was einer Ausbeute von 52,4 % der Theorie entspricht.

5

Beispiel 9

Man arbeitet nach der Verfahrensweise von Beispiel 1, mit dem Unterschied, daß man das Dinonylphthalat durch Diäthylphthalat ersetzt, auf 20°C abkühlt und bei dieser Temperatur filtriert. Man erhält 61,5 Gew.-Teile einer Mischung aus 1,5-Dinitroanthrachinon und 1,8-Dinitroanthrachinon (die 47,1 Gew.-% des 1,5-Isomeren und 43,3 Gew.-% des 1,8-Isomeren enthält) mit einer Reinheit von 90,4 %.

15

Beispiel 10

Wenn man bei der Verfahrensweise des Beispiels 1 Dinonylphthalat durch Dibutylphthalat ersetzt, erhält man 45,7 Gew.-Teile einer Mischung aus 1,5-Dinitroanthrachinon und 1,8-Dinitroanthrachinon (die 57,4 Gew.-% des 1,5-Isomeren und 40,8 Gew.-% des 1,8-Isomeren enthält) mit einer Reinheit von 98,2 %, was einer Ausbeute von 75,2 % der Theorie entspricht.

20

25 Beispiel 11

Wenn man bei der Verfahrensweise von Beispiel 1 225 Gew.-Teile Dibutylphthalat anstelle der 300 Gew.-Teile

Dinonylphthalat verwendet, erhält man 47,8 Gew.-Teile einer Mischung aus 1,5-Dinitroanthrachinon und 1,8-Dinitroanthrachinon (die 56,8 Gew.-% des 1,5-Isomeren und 40,1 Gew.-% des 1,8-Isomeren enthält) mit einer
5 Reinheit von 96,9 %, was einer Ausbeute von 77,6 % der Theorie entspricht.

B e i s p i e l 12

Wenn man bei der Verfahrensweise von Beispiel 5 Dinonyl-
10 phthalat durch Diäthylphthalat ersetzt, erhält man 49,2 Gew.-Teile einer Mischung aus 1,5-Dinitroanthrachinon und 1,8-Dinitroanthrachinon (die 72,6 Gew.-% des 1,5-Isomeren und 26,4 Gew.-% des 1,8-Isomeren enthält) mit einer Reinheit von 99 %, was einer Ausbeute
15 von 71,2 % der Theorie entspricht.

B e i s p i e l 13

Wenn man bei der Verfahrensweise von Beispiel 5 Dinonylphthalat durch Dibutylphthalat ersetzt, so erhält
20 man 57,8 Gew.-Teile einer Mischung aus 1,5-Dinitroanthrachinon und 1,8-Dinitroanthrachinon (die 60,8 Gew.-% des 1,5-Isomeren und 36,6 Gew.-% des 1,8-Isomeren enthält) mit einer Reinheit von 97,4 %, was einer Ausbeute von 82,2 % der Theorie entspricht.

25

B e i s p i e l 14

Wenn man bei der Verfahrensweise von Beispiel 1 Dinonylphthalat durch eine Mischung aus Dialkylphthalaten mit 7 bis 11 Kohlenstoffatomen in den Alkylgruppen ersetzt, so erhält man 53,4 Gew.-Teile einer Mischung aus 1,5-Dinitroanthrachinon und 1,8-Dinitroanthrachinon (die 50,5 Gew.-% des 1,5-Isomeren und 45,2 Gew.-% des 1,8-Isomeren enthält) mit einer Reinheit von 95,7 %, was einer Ausbeute von 85,6 % der Theorie entspricht.

B e i s p i e l 15

Wenn man bei der Verfahrensweise von Beispiel 1 Dinonylphthalat durch Ditridecylphthalat ersetzt, so erhält man 53,7 Gew.-Teile einer Mischung aus 1,5-Dinitroanthrachinon und 1,8-Dinitroanthrachinon (die 52,2 Gew.-% des 1,5-Isomeren und 42,5 Gew.-% des 1,8-Isomeren enthält) mit einer Reinheit von 94,7 %, was einer Ausbeute von 85,2 % der Theorie entspricht.

B e i s p i e l 16

Wenn man bei der Verfahrensweise von Beispiel 1 Dinonylphthalat durch Äthylbenzoat ersetzt, so erhält man 32,8 Gew.-Teile einer Mischung aus 1,5-Dinitroanthrachinon und 1,8-Dinitroanthrachinon (die 80,1 Gew.-% des 1,5-Isomeren und 18,6 Gew.-% des 1,8-Isomeren enthält) mit einer Reinheit von 98,7 %, was

einer Ausbeute von 54,3 % der Theorie entspricht.

B e i s p i e l 17

Wenn man bei der Verfahrensweise von Beispiel 5 Di-
5 nonylphthalat durch Tri-o-tollyl-phosphat ersetzt, so
erhält man 59,6 Gew.-Teile einer Mischung aus 1,5-Di-
nitroanthrachinon und 1,8-Dinitroanthrachinon (die
63,5 Gew.-% des 1,5-Isomeren und 35,2 Gew.-% des 1,8-
Isomeren enthält) mit einer Reinheit von 98,7 %, was
10 einer Ausbeute von 86 % der Theorie entspricht.

B e i s p i e l 18

Wenn man bei der Verfahrensweise von Beispiel 1 das
Dinonylphthalat durch 150 Gew.-Teile Dimethylphthalat
15 ersetzt, erhält man 37,2 Gew.-Teile einer Mischung aus
1,5-Dinitroanthrachinon und 1,8-Dinitroanthrachinon
(die 72 Gew.-% des 1,5-Isomeren und 26,3 Gew.-% des
1,8-Isomeren enthält) mit einer Reinheit von 98,3 %,
was einer Ausbeute von 61 % der Theorie entspricht.

20

B e i s p i e l 19

Man arbeitet nach der Verfahrensweise von Beispiel 1,
mit dem Unterschied, daß man Dinonylphthalat durch
225 Gew.-Teile Dimethylphthalat ersetzt, auf 50°C ab-
25 kühlt und bei dieser Temperatur filtriert. Man erhält
56,2 Gew.-Teile einer Mischung aus 1,5-Dinitroantra-

chinon und 1,8-Dinitroanthrachinon (die 52,5 Gew.-% des 1,5-Isomeren und 42,2 Gew.-% des 1,8-Isomeren enthält) mit einer Reinheit von 94,7 %, was einer Ausbeute von 89,2 % der Theorie entspricht.

5

B e i s p i e l 20

Man bringt 305 Gew.-Teile Dinonylphthalat unter Rühren mit 260 Gew.-Teilen eines durch die Dinitrierung von Anthrachinon erhaltenen Preßkuchens in Kontakt, der
10 75 Gew.-Teile einer Dinitroanthrachinon-Mischung enthält, die die gleiche prozentuale Zusammensetzung besitzt wie die in Beispiel 1 beschriebene. Durch Erhitzen auf 180°C und Aufrechterhalten dieser Temperatur während 2 Stunden entfernt man durch Destillation
15 185 Gew.-Teile Wasser und gleichzeitig 5 Gew.-Teile Dinonylphthalat. Man läßt anschließend auf 170°C abkühlen, hält diese Temperatur während 30 Minuten aufrecht und beendet die Behandlung in der in Beispiel 1 beschriebenen Weise.

20

Man erhält 53,8 Gew.-Teile einer Mischung aus 1,5-Dinitroanthrachinon und 1,8-Dinitroanthrachinon (die 52,8 Gew.-% des 1,5-Isomeren und 41,1 Gew.-% des 1,8-Isomeren enthält) mit einer Reinheit von 93,9 %, was
25 einer Ausbeute von 84,7 % der Theorie entspricht.

B e i s p i e l 21

Man arbeitet nach der Verfahrensweise von Beispiel 1, ersetzt jedoch das Dinonylphthalat durch eine gleich große Menge Äthyl-acetylacetat. Man erhält 47 Gew.-
5 Teile einer Mischung aus 1,5-Dinitroanthrachinon und 1,8-Dinitroanthrachinon (die 55,5 Gew.-% des 1,5-Isomeren und 41,5 Gew.-% des 1,8-Isomeren enthält) mit einer Reinheit von 97 %, was einer Ausbeute von 76,5 % der Theorie entspricht.

10

B e i s p i e l 22

Wenn man bei der Verfahrensweise von Beispiel 1 das Dinonylphthalat durch eine gleich große Menge Diäthylmalonat ersetzt, erhält man 51,5 Gew.-Teile einer Mischung aus 1,5-Dinitroanthrachinon und 1,8-Dinitroanthrachinin (die 50,2 Gew.-% des 1,5-Isomeren und 44 % des 1,8-Isomeren enthält) mit einer Reinheit von 94,2 %, was einer Ausbeute von 81,3 % der Theorie entspricht.

20 B e i s p i e l 23

Man verfährt nach der Methode von Beispiel 1, mit dem Unterschied, daß man das Dinonylphthalat durch eine Mischung aus 225 Gew.-Teilen Dimethylphthalat und 75 Gew.-Teilen Diäthylphthalat ersetzt, auf 70°C abkühlt
25 und bei dieser Temperatur filtriert. Man erhält 50,7 Gew.-Teile einer Mischung aus 1,5-Dinitroanthrachinon

und 1,8-Dinitroanthrachinon (die 52,9 Gew.-% des 1,5-Isomeren und 45 Gew.-% des 1,8-Isomeren enthält) mit einer Reinheit von 97,9 %, was einer Ausbeute von 83,2 % der Theorie entspricht.

5

B e i s p i e l 24

Man arbeitet nach der Verfahrensweise von Beispiel 1, mit dem Unterschied, daß man das Dinonylphthalat durch eine Mischung aus 225 Gew.-Teilen Dimethylphthalat und
10 75 Gew.-Teilen Dinonylphthalat ersetzt, auf 70°C abkühlt und bei dieser Temperatur filtriert. Man erhält 55,3 Gew.-Teile einer Mischung aus 1,5-Dinitroanthrachinon und 1,8-Dinitroanthrachinon (die 50,4 Gew.-% des 1,5-Isomeren und 41,3 Gew.-% des 1,8-Isomeren ent-
15 hält) mit einer Reinheit von 91,7 %, was einer Ausbeute von 85 % der Theorie entspricht.

Bei den Beispielen, bei denen man die Alkylphthalate mit langen Alkylketten (mit 7 bis 13 Kohlenstoffato-
20 men) eingesetzt hat, erzielt man im wesentlichen äquivalente Ergebnisse, unabhängig davon, ob die Alkylketten geradkettig oder verzweigt sind.

B e i s p i e l 25

25 Man arbeitet nach der Verfahrensweise von Beispiel 1, ersetzt jedoch das Dinonylphthalat durch eine gleich

große Menge n-Nonylacetat und geht von einer Dinitroanthrachinon-Mischung der nachstehenden Zusammensetzung aus:

- 41,3 Gew.-% 1,5-Dinitroanthrachinon
- 5 35,9 Gew.-% 1,8-Dinitroanthrachinon
- 20,6 Gew.-% 1,6- und 1,7-Dinitroanthrachinon
- 2,2 Gew.-% 2,6- und 2,7-Dinitroanthrachinon, 1-Nitroanthrachinon und Anthrachinon.

10 Man erhält 56,5 Gew.-Teile einer Mischung aus 1,5-Dinitroanthrachinon und 1,8-Dinitroanthrachinon (die 47,9 Gew.-% des 1,5-Isomeren und 46,7 Gew.-% des 1,8-Isomeren enthält) mit einer Reinheit von 94,6 %, was einer Ausbeute von 92,3 % der Theorie entspricht.

15

Beispiel 26

Wenn man bei der Verfahrensweise von Beispiel 25 das n-Nonylacetat durch n-Octylacetat ersetzt, erhält man 56,8 Gew.-Teile einer Mischung aus 1,5-Dinitroanthrachinon und 1,8-Dinitroanthrachinon (die 47,4 Gew.-%
20 des 1,5-Isomeren und 45,5 Gew.-% des 1,8-Isomeren enthält) mit einer Reinheit von 92,9 %, was einer Ausbeute von 91,1 % der Theorie entspricht.

25 Beispiel 27

Wenn man bei der Verfahrensweise von Beispiel 25 das

n-Nonylacetat durch Cyclohexylacetat ersetzt, so erhält man 54,4 Gew.-Teile einer Mischung aus 1,5-Dinitroanthrachinon und 1,8-Dinitroanthrachinon (die 51,6 Gew.-% des 1,5-Isomeren und 43,3 Gew.-% des 1,8-Isomeren enthält) mit einer Reinheit von 94,9 %, was einer Ausbeute von 89,2 % der Theorie entspricht.

B e i s p i e l 28

Wenn man bei der Verfahrensweise von Beispiel 25 das n-Nonylacetat durch p-Tolylacetat ersetzt, so erhält man 25,1 Gew.-Teile einer Mischung aus 1,5-Dinitroanthrachinon und 1,8-Dinitroanthrachinon (die 89,5 Gew.-% des 1,5-Isomeren und 10 Gew.-% des 1,8-Isomeren enthält) mit einer Reinheit von 99,5 %, was einer Ausbeute von 43,1 % der Theorie entspricht.

B e i s p i e l 29

Man bringt 75 Gew.-Teile der Dinitroanthrachinon-Mischung von Beispiel 25 unter Rühren mit 800 Gew.-Teilen n-Butylacetat in Kontakt, erhitzt auf 120°C, hält diese Temperatur während 2 Stunden aufrecht, filtriert dann bei 120°C über einer vorerhitzten Glasfritte, saugt ab, wäscht den Filterkuchen mit Methanol und trocknet bei etwa 60°C bis zur Gewichtskonstanz. Man erhält 54 Gew.-Teile einer Mischung aus 1,5-Dinitroanthrachinon und 1,8-Dinitroanthrachinon (die 47,2

Gew.-% des 1,5-Isomeren und 45,2 Gew.-% des 1,8-Isomeren enthält) mit einer Reinheit von 92,4 %, was einer Ausbeute von 86,1 % der Theorie entspricht.

Erfindungsansprüche

1. Verfahren zur Gewinnung von α, α' -Dinitroanthra-
chinonen mit hoher Reinheit ausgehend von einer
Mischung, die neben den α, α' -Derivaten bis zu
50 Gew.-% α, β -Derivate und β, β' -Derivate und
5 gegebenenfalls Mononitroanthrachinon und Anthra-
chinon enthält, durch Behandeln der Mischung mit
einem organischen Lösungsmittel, in dem die α, α' -
Derivate praktisch unlöslich sind, dadurch g e -
k e n n z e i c h n e t , daß man als Lösungsmit-
10 tel einen Ester einer Monocarbonsäure, einer Di-
carbonsäure oder der Phosphorsäure verwendet,
dessen Siedepunkt bei Atmosphärendruck oberhalb
120°C liegt.

- 15 2. Verfahren nach Punkt 1. dadurch g e k e n n -
z e i c h n e t , daß man die zu reinigende Mi-
schung bei einer unter dem Siedepunkt des verwen-
deten Lösungsmittels liegenden Temperatur zwischen
20 und 200°C mit dem Lösungsmittel in Kontakt
20 bringt und, gegebenenfalls nach dem Abkühlen, die
unlöslichen Materialien abtrennt, die im wesent-
lichen aus den α, α' -Dinitroanthrachinonen be-
stehen.

3. Verfahren nach den Punkten 1 oder 2, dadurch
g e k e n n z e i c h n e t , daß man als Lösungsmittel ein Acetat, dessen Esterkette 4 bis 13 Kohlenstoffatome aufweist; ein Phosphat, dessen Esterketten jeweils 1 bis 7 Kohlenstoffatomen aufweisen; ein Benzoat, dessen Esterkette 1 bis 4 Kohlenstoffatome aufweist; ein Phthalat, deren Esterketten jeweils 1 bis 13 Kohlenstoffatome aufweisen; ein Malonat, deren Esterketten jeweils 1 bis 4 Kohlenstoffatome aufweisen; Methyl-acetylacetat, Äthyl-acetylacetat oder eine Mischung dieser Lösungsmittel verwendet.

4. Verfahren nach den Punkten 1 bis 3, dadurch
g e k e n n z e i c h n e t , daß man als Lösungsmittel ein Dialkylphthalat verwendet, dessen Alkylgruppen geradkettig oder verzweigt sind und jeweils 1 bis 13 Kohlenstoffatome aufweisen.

5. Verfahren nach den Punkten 1 bis 4, dadurch
g e k e n n z e i c h n e t , daß man als Lösungsmittel ein Phthalat eines Oxo-Alkohols verwendet.

6. Verfahren nach den Punkten 1 bis 5, dadurch
g e k e n n z e i c h n e t , daß man das Lösungsmittel in einer Gewichtsmenge verwendet, die dem 2- bis 12-fachen und vorzugsweise dem 2- bis 6-fa-

chen des Gewichts der zu reinigenden trockenen Mischung entspricht.

5 7. Verfahren nach den Punkten 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß man die zu reinigende Mischung in Form eines Preßkuchens verwendet und das Wasser durch Destillation in Gegenwart eines Lösungsmittels beseitigt.

10 8. Verfahren nach den Punkten 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß man eine Behandlungsdauer zwischen 30 Minuten und 15 Stunden anwendet.

15