



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

209607

(11)

(B1)

/22/ Přihlášeno 03 10 79
/21/ /PV 6694-79/

(40) Zveřejněno 30 06 80

(45) Vydáno 15 02 83

(51) Int. Cl.³
C 07 C 143/24

(75)

Autor vynálezu

VALÍK JOSEF ing., ŽALOUDEK JOSEF dipl. tech.
a MATOULEK JAROSLAV dipl. tech., ÚSTÍ nad Labem

(54) Způsob společné přípravy antrachinon-2-sulfonanu sodného a antrachinon-2,6-disulfonanu dvojsodného

1

Vynález se týká způsobu společné přípravy antrachinon-2-sulfonanu sodného a antrachinon-2,6-disulfonanu dvojsodného sulfonací antrachinonu. Obě tyto látky jsou velmi důležitými barvářskými polotovary. Dosavadní způsoby přípravy obou produktů spočívají na samostatných sulfonačních postupech bez vzájemné vazby.

Antrachinon-2-sulfonan sodný se dosud připravoval částečnou sulfonací antrachinonu. Produktem sulfonace je antrachinon-2-sulfonová kyselina a směs izomerních antrachinon-2,6- a -2,7-disulfonových kyselin ve hmotnostním poměru 1:1. Celkové množství mono- a disulfonových kyselin a jejich vzájemný hmotnostní poměr závisí na sulfonačním stupni antrachinonu, tj. na stupni konverze antrachinonu, který představuje množství zreagovaného antrachinonu vyjádřené v procentech.

Z hlediska výrobních nákladů je pro přípravu antrachinon-2-sulfonanu sodného optimální konverze 45 až 50 %, přičemž vzniklé antrachinon-2,6- a -2,7-disulfonové kyseliny se neizolují, přecházejí do matečných louhů a tvoří nežádoucí odpad. Nezreagovaný antrachinon se po zředění sulfonační směsí odděluje filtrací a vrací se k další sulfonaci. Po oddělení antrachinonu se z filtrátu vyloučí antrachinon-2-sulfonan sodný, který se izoluje rovněž filtrací. Získaný filtrát, obsahující směs antrachinon-2,6- a -2,7-disulfokyselin, se z ekonomických důvodů dále nezpracovává. Výtěžnost dosavadních izolovaných postupů příprav antrachinon-2-sulfonanu sodného se pohybuje okolo 78 % teorie na zreagovaný antrachinon.

Antrachinon-2,6-disulfonan dvojsodný se připravuje úplnou disulfonací antrachinonu. K disulfonaci se používá cca 40% oleum a provádí se při teplotách do 200 °C. Sulfonační hmota se naředí vodou a ze směsi se vyloučí a izoluje méně rozpustný antrachinon-2,6-disulfonan dvojsodný. Výtěžnost těchto postupů příprav antrachinon-2,6-disulfonanu dvojsodného nepřevyšuje

209607

šují 40 % teorie na nasazený antrachinon. Je zřejmé, že při dosavadních postupech přípravy antrachinon-2-sulfonanu sodného a antrachinon-2,6-disulfonanu dvojsodného je využití antrachinonu velmi nízké, zvláště pak při přípravách antrachinonu-2,6-disulfonanu dvojsodného. Navíc dochází při těchto postupech ke značnému znečišťování odpadních vod.

Nyní bylo nalezeno, že tyto nevýhody lze podstatně zmírnit způsobem společné přípravy antrachinon-2-sulfonanu sodného a antrachinon-2,6-disulfonanu dvojsodného sulfonačním postupem podle vynálezu, který spočívá v tom, že se antrachinon sulfonuje 20 až 26% oleem při teplotě 150 až 180 °C po dobu 4 až 8 h. při hmotnostním poměru antrachinon : SO_3 = 1:0,2 až 0,4, nezreagovaný antrachinon se oddělí a po neutralizaci se rovněž vyizoluje antrachinon-2-sulfonatan sodný, načež se zbylý antrachinon-2-sulfonatan sodný obsažený v dále izolované směsi s antrachinon-2,6-disulfonatem dvojsodným dosulfonuje a ze sulfonační směsi se antrachinon-2,6-disulfonatan dvojsodný oddělí.

Postupem podle vynálezu je možné zvýšit stupeň konverze antrachinonu. Jeho zvýšení nad 70 % však není již ekonomicky výhodné.

Při vyšší potřebě antrachinon-2,6-disulfonanu dvojsodného lze postupovat způsobem podle vynálezu, při němž se antrachinon-2-sulfonatan sodný, obsažený v izolované směsi s antrachinon-2,6-disulfonatem dvojsodným, dosulfonuje společně s přidanými 0,5 až 1,5 hmot. díly antrachinonu na 1 hmot. díl antrachinon-2,6-disulfonanu dvojsodného.

Způsobem podle vynálezu lze snížit spotřebu antrachinonu na výrobu antrachinon-2-sulfonanu sodného a antrachinon-2,6-disulfonanu dvojsodného až o 20 % oproti dosavadním postupům probíhajícím odděleně. Snížená spotřeba antrachinonu přináší úměrný úbytek organických látek v odpadních vodách. Disulfonaci směsi antrachinon-2-sulfonanu sodného v přítomnosti antrachinon-2,6-disulfonanu dvojsodného lze výhodně provádět 20% oleem, čímž dochází ke snížení nebezpečí exhalace SO_3 z manipulace se 60% oleem a z disulfonace se 40% oleem. Po disulfonaci je získán antrachinon-2,6-disulfonatan dvojsodný s ohledem na dvojí izolaci méně znečištěný izomerním antrachinon-2,7-disulfonatem dvojsodným, což se příznivě projevuje při jeho dalším zpracování.

Příklady provedení

P ř í k l a d 1

- 750 g antrachinonu se sulfonovalo
- 1 050 g 26% olea /273 g SO_3 /, po dobu 6 hodin při teplotách 160 až 165 °C. Potom byla reakční směs zředěna
- 1 550 ml vody. Vyloučený zpětný antrachinon se odfiltroval, promyl a usušil. Bylo získáno 240 g antrachinonu, což odpovídá konverzi 68 %. Po odfiltrování antrachinonu se filtrát zneutralizoval
- 300 g 40% NaOH při 95 °C. Po ochlazení, krystalizaci, filtraci a promytí bylo získáno 945 g pasty antrachinon-2-sulfonanu sodného, což po usušení činilo 520 g 100% produktu. Filtrát a koncentrované promývací vody se znovu při 95 °C zneutralizovaly
- 450 g 40% NaOH. Po ochlazení, krystalizaci, filtraci a promytí 12% roztokem Na_2SO_4 bylo získáno 480 g pasty, která po usušení obsahovala 145 g antrachinon-2,6-disulfonanu dvojsodného s obsahem 10 % hmot. antrachinon-2-sulfonanu sodného. Směs se podrobila dále sulfonaci
- 250 g 20% olea při 200 °C po dobu 5 h. Sulfonační směs se ochladila a zředila 1 800 ml vody. Při 95 °C se zneutralizovala
- 200 g 40% NaOH, ochladila, podrobila krystalizaci, filtraci krystalů a ty byly promyty 12% roztokem NaCl. Bylo získáno 402 g pasty, která po usušení obsahovala 140 g 100% 2,6-disulfonanu sodného.

Postupem podle příkladu bylo možno vyrobit žádané produkty s množstvím antrachinonu o 17,7 % menším než dosavadními postupy oddělené přípravy.

P ř í k l a d 2

750 g antrachinonu se sulfonovalo
 942 g 24,3% olea /229 g SO_3 /, po dobu 5 hodin při teplotách 155 až 165 °C. Potom byla směs zředěna
 1 550 ml vody. Vyloučený nezreagovaný antrachinon se odfiltraval, promyl a usušil. Bylo získáno
 283 g antrachinonu, což odpovídá konverzi 61,3 %. Filtrát a promývací vody byly zneutralizovány při 95 °C
 250 g NaOH 40%. Po ochlazení, krystalizaci, filtraci a promytí bylo získáno
 773 g pasty, což po usušení činilo
 526 g 100% antrachinon-2-sulfonanu sodného. Filtrát a koncentrované promývací vody se znovu při 95 °C zneutralizovaly
 450 g 40% NaOH. Po ochlazení, krystalizaci, filtraci a promytí 12% roztokem Na_2SO_4 bylo získáno
 341,7 g pasty, která po usušení obsahovala
 92,9 g antrachinon-2,6-disulfonanu dvojsodného. K pastě, která obsahovala i antrachinon-2-sulfonan sodný bylo přidáno
 70 g antrachinonu a sulfonováno
 390 g 24,3% oleem s 8 g bezvodého Na_2SO_4 při teplotě 200 °C po dobu 5 hodin. Po sulfonaci se směs ochladila, zředila
 1 800 ml vody a neutralizovala při 95 °C
 200 g 40% NaOH. Po dalším ochlazení se krystalizací, filtrací a promytím roztokem NaCl získalo
 359,8 g pasty, která obsahovala
 134,8 g 100% antrachinon-2,6-disulfonanu sodného.

Postupem podle příkladu bylo možno vyrobit žádané produkty s množstvím antrachinonu o 13,1 % menším než dosavadními postupy oddělené přípravy.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Způsob společné přípravy antrachinon-2-sulfonanu sodného a antrachinon-2,6-disulfonanu sodného sulfonačním postupem, vyznačený tím, že se antrachinon sulfonuje 20 až 26% oleem při teplotě 150 až 180 °C po dobu 4 až 8 hodin při hmotnostním poměru antrachinon : SO_3 = 1 : 0,2 až 0,4, nezreagovaný antrachinon se oddělí a po neutralizaci se rovněž vyizoluje antrachinon-2-sulfonan sodný, načež se zbylý antrachinon-2-sulfonan sodný obsažený v dále izolované směsi s antrachinon-2,6-disulfonanem dvojsodným podrobí dodatečné sulfonaci a ze sulfonační směsi se antrachinon-2,6-disulfonan dvojsodný oddělí.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že se antrachinon-2-sulfonan sodný, obsažený v izolované směsi s antrachinon-2,6-disulfonanem dvojsodným, dosulfonuje společně s přidávanými 0,5 až 1,5 hmot. dílu antrachinonu na 1 hmot. díl antrachinon-2,6-disulfonanu dvojsodného.