



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 43663

Kl. 12 c, 10

Instytut Przemysłu Organicznego *)

Warszawa, Polska

Sposób wytwarzania 1-(alfa) chloroantrachinonu

Patent trwa od dnia 29 czerwca 1959 r.

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania 1-(alfa)chloroantrachinonu.

1-(alfa)chloroantrachinon ma zastosowanie do otrzymywania zarówno barwników kadziowych jak i alizarynowych kwasowych.

Dotychczasowe przemysłowe metody wytwarzania polegały głównie na wymianie grupy sulfonowej w soli potasowej kwasu antrachinono-1-sulfonowego na chlor, działaniem chloru gazowego lub chloru „in statu nascendi”, otrzymywanego przez utlenienie kwasu solnego chloranem sodowym lub potasowym. Reakcja ta przebiega w rozcieńczonych roztworach wodnych w temperaturze około 100 °C. W metodzie tej uzyskuje się jednak wysoką wydajność tylko przy bardzo ścisłym zachowaniu pewnych warunków, a zwłaszcza przy wykluczeniu inhibitorów, do których należą z reguły metale ciężkie oraz ich sole.

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są doc. mgr Stanisław Gałinowski i mgr inż. Waldemar Topolski.

Ponieważ w procesie sulfonowania antrachinonu produkt sulfonowania zawiera zawsze zanieczyszczenia metalami lub ich solami, dlatego kwas antrachinono-1-sulfonowy otrzymany w postaci soli potasowej należy poddać następującemu procesowi oczyszczania.

Roztwór wodny soli potasowej kwasu antrachinono-1-sulfonowego grzewa się do temperatury 96—98 °C i dodaje tyle sody, ażeby wartość pH roztworu wynosiła 8—9. Temperaturę utrzymuje się przez czas trwania operacji w granicach 96—98 °C. Soda wytrąca osad, który należy odsączyć na gorąco. Oczyszczony w ten sposób gorący roztwór soli potasowej kwasu antrachinono-1-sulfonowego poddaje się chlorowaniu.

Należy zaznaczyć, że z powodu nieznacznej rozpuszczalności soli potasowej kwasu antrachinono-1-sulfonowego wynoszącej 1,5 g w 100 ml wody operuje się ogromnymi masami cieczy reakcyjnej, co wpływa niekorzystnie na przepustowość aparatury przemysłowej.

Niedogodności powyższe usuwa sposób we-

dlug wynalazku polegający na tym, że zamiast soli potasowej kwasu antrachinono-1-sulfonowego stosuje się sól amonową tegoż kwasu.

Zastosowanie soli amonowej kwasu antrachinono-1-sulfonowego pozwala na całkowite wyeliminowanie procesu wstępnego oczyszczania produktu wyjściowego za pomocą sody dlatego, że rodnik amonowy działając katalitycznie niweluje całkowicie ujemny wpływ inhibitorów w procesie chlorowania. To działanie katalityczne rodnika amonowego w procesie chlorowania ujawnia się również i w tym, że szybkość reakcji wymiany grupy sulfonowej na chlor jest znacznie większa, aniżeli przy zastosowaniu soli potasowej kwasu antrachinono-1-sulfonowego.

Zastosowanie soli amonowej kwasu antrachinono-1-sulfonowego w procesie chlorowania na 1-chloroantrachinon, pozwala więc na uproszczenie aparatury przez wyeliminowanie zestawu do usuwania inhibitorów oraz na skrócenie cyklu produkcyjnego przez pominięcie operacji oczyszczania za pomocą sody i na zwiększenie szybkości reakcji samego chlorowania. Otrzymany tą drogą 1-chloroantrachinon charakteryzuje się wyższą temperaturą topnienia aniżeli otrzymany za pomocą którejkolwiek z dotychczas znanych metod, co świadczy o jego większej czystości.

Przykład. 20 części soli amonowej kwasu antrachinono-1-sulfonowego umieszcza się w naczyniu, do którego załadowano uprzednio 400 części wody, 80 części kwasu solnego technicznego (1,19) i przy mieszaniu ogrzewa się do temperatury 98—100 °C. W tej temperaturze dodaje się stopniowo 12 części chloranu sodowego w postaci 10%-go roztworu. Po dodaniu chloranu sodowego utrzymuje się jeszcze temperaturę 98—100 °C w ciągu 0,5 godziny. Następnie odsąca się na ciepło osad 1-chloroantrachinonu, przemywa ciepłą wodą i suszy. Otrzymuje się 15,6 części gotowego produktu, co stanowi 96,2% wydajności teoretycznej.

Temperatura topnienia otrzymanego związku wynosi około 160—161 °C (nie korygowana).

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania 1-(alfa)chloroantrachinonu, przez wymianę grup sulfonowych w antrachinonie znajdujących się w położeniach alfa na chlor, znamienny tym, że stosuje się sól amonową kwasu antrachinono-1-sulfonowego.

Instytut Przemysłu
Organicznego

Zastępca: inż. Józef Felkner
rzecznik patentowy