



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

58116

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 07.XI.1966 (P 117 233)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 30.IX.1969

Kl. 22 ~~1, 3, 02~~
a, 1/22

MKP C 09 b 1/22

UKD

Współtwórcy wynalazku: inż. Jan Zimnicki, mgr inż. Eugeniusz Klimek

Właściciel patentu: Zakłady Przemysłu Barwników „Boruta”, Zgierz
(Polska)

Sposób wytwarzania 1-amino-2-metyloantrachinonu

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania 1-amino-2-metyloantrachinonu.

Znany jest sposób wytwarzania 1-amino-2-metyloantrachinonu przez wielogodzinne nitrowanie 2-metyloantrachinonu rozpuszczonego w kwasie siarkowym przy udziale azotanu potasu w temperaturze 0—5°C, w którym masę reakcyjną wylewa się do wody, odsącza wydzielony surowy 1-nitro-2-metyloantrachinon, przemycza wodą do odczynu obojętnego, ogrzewa do wrzenia z wodnym roztworem siarczyny sodowej i oddziela nierozpuszczony 1-nitro-2-metyloantrachinon od związków izometrycznych, które przechodzą do roztworu. Tym sposobem wytworzony 1-nitro-2-metyloantrachinon poddaje się następnie redukcji przez ogrzewanie do wrzenia z wodnym roztworem siarczku sodowego, przy czym powstaje 1-amino-2-metyloantrachinon, który oddziela się przez sączenie, przemycza wodą do odczynu obojętnego i suszy.

Znany jest również sposób wytwarzania 1-amino-2-metyloantrachinonu przez cyklizację kwasu p-toluilo-o-benzenowego w oleum i nitrowanie wytworzonego 2-metyloantrachinonu mieszaniną nitrującą o składzie 88% kwasu azotowego i 12% kwasu siarkowego w temperaturze 12—14°C bezpośrednio po rozcieńczeniu masy reakcyjnej wodą. Wytworzony 1-nitro-2-metyloantrachinon oddziela się od 78% kwasu siarkowego, przemycza kwasem siarkowym o podobnym stężeniu, a następnie wodą

do odczynu obojętnego i poddaje redukcji przez ogrzewanie z roztworem siarczku sodowego.

Tym sposobem nie można otrzymać w dostatecznym stopniu czystego 1-amino-2-metyloantrachinonu, przydatnego do dalszych syntez, ponieważ produkt nitracji zawiera tylko 95% 1-nitro-2-metyloantrachinonu. Podczas procesu nitrowania 2-metyloantrachinonu tworzą się obok 1-nitro-2-metyloantrachinonu również produkty uboczne.

W celu oczyszczenia surowego 1-nitro-2-metyloantrachinonu stosuje się wielogodzinne ogrzewanie do wrzenia z 10% wodnym roztworem siarczyny sodowej, co powoduje, że izomeryczne nitro-2-metyloantrachinony przekształcają się w odpowiednie kwasy 2-metyloantrachinonosulfonowe, które przechodzą do roztworów wodnych i mogą być oddzielone od 1-nitro-2-metyloantrachinonu nie ulegającego rozpuszczeniu.

Ten sposób oczyszczania 1-nitro-2-metyloantrachinonu jest jednak uciążliwy, wymaga skrupulatnego dozoru ze względu na redukcyjne właściwości siarczyny sodowej i nie zapewnia zawsze produktu o zadowalającej czystości.

Stwierdzono, że otrzymuje się 1-amino-2-metyloantrachinon z dużą wydajnością i o wymaganej czystości, jeżeli proces nitrowania 2-metyloantrachinonu prowadzi się w roztworze 82—92% kwasu siarkowego za pomocą mieszaniny nitrującej o składzie 88% kwasu azotowego i 12% kwasu siarkowego w temperaturze 15—20°C w ciągu 1 — 2

godzin i następnie stopniowo w ciągu 1—2 godzin podnosi się temperaturę do 90—95° C, miesza w ciągu 1 godziny, chłodzi powoli do temperatury 15—18° C, oddziela wytworzony 1-nitro-2-metyloantrachinon i przemywa najpierw 75—80% kwasem siarkowym, a potem wodą do odczynu obojętnego. Otrzymany 1-nitro-2-metyloantrachinon ogrzewa się następnie do wrzenia z 15—20% wodnym roztworem siarczku sodowego, oddziela wytworzony 1-amino-2-metyloantrachinon wytworzony według wynalazku jest produktem czystym, nadającym się do barwienia włókien syntetycznych oraz dalszych syntez, a jego temperatura topnienia wynosi 201—202° C. Roztwór 2-metyloantrachinonu w 82—92% kwasie siarkowym można otrzymać przez rozcieńczenie określoną ilością wody masy reakcyjnej po cyklizacji kwasu p-toluilo-o-benzoesowego w słabym oleum.

Przykład I. 120 kg kwasu p-toluilo-o-benzoesowego rozpuszcza się w 1200 kg 5% oleum, podgrzewa do temperatury 95° C i w tej temperaturze miesza w ciągu 3 godzin. Po zakończonej cyklizacji ciecz reakcyjną chłodzi się do temperatury 15° C i dodaje 120 l wody aby temperatura nie przekroczyła 50° C, następnie utrzymując temperaturę reakcji 18° C wkrapla się 36 kg mieszaniny nitrującej o składzie 88% kwasu azotowego i 12% kwasu siarkowego, potem podgrzewa się stopniowo do temperatury 95° C i miesza jeszcze w tej temperaturze w ciągu 30 minut. Po zakończonej nitracji chłodzi się ciecz reakcyjną powoli do temperatury 18° C i odsącza wydzielony 1-nitro-2-metyloantrachinon, który przemywa się najpierw 100 l kwasu siarkowego ($d = 1,70$), a następnie wodą do odczynu obojętnego. Otrzymany produkt dodaje się do 2000 l

20% roztworu wodnego siarczku i miesza w ciągu 2 godzin w temperaturze 100° C, po czym na gorąco odsącza utworzony czerwony osad 1-amino-2-metyloantrachinonu, przemywa wodą do odczynu obojętnego i suszy. Tym sposobem otrzymuje się 85 kg 1-amino-2-metyloantrachinonu o temperaturze topnienia 201 — 202° C.

Przykład II. 111 kg 2-metyloantrachinonu rozpuszcza się w 1200 kg monohydratu i rozcieńcza wodą do uzyskania stężenia 90% kwasu siarkowego.

Następnie chłodzi się do temperatury 15° C i wkrapla się 36 kg mieszaniny nitrującej o składzie 88% kwasu azotowego i 12% kwasu siarkowego, utrzymując temperaturę 18° C podczas reakcji.

Dalszy tok postępowania taki sam jak w przykładzie I.

Tym sposobem otrzymuje się 92 kg 1-amino-2-metyloantrachinonu o temperaturze topnienia 201 — 202° C.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania 1-amino-2-metyloantrachinonu przez nitrowanie 2-metyloantrachinonu i redukcję otrzymanego produktu, **znamienny tym**, że nitrowanie 2-metyloantrachinonu prowadzi się w roztworze 88—92% kwasu siarkowego mieszaniną nitrującą o składzie 88% kwasu azotowego i 12% kwasu siarkowego, początkowo w ciągu 1 — 2 godzin w temperaturze 15—20° C, następnie stopniowo podnosząc w ciągu 1—2 godzin temperaturę do 90—95° C, po czym oddziela się przez oziębienie mieszaniny ponitracyjnej do temperatury 15—18° C wytworzony 1-nitro-2-metyloantrachinon, który następnie poddaje się w znany sposób redukcji: