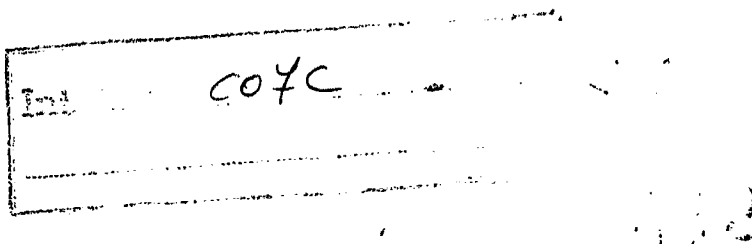




PATENTE DE INVENCION

Le A 14 938-Spa.



Memoria Descriptiva

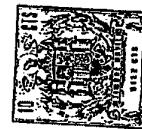
sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE 1-AMINOANTRAQUINONA,
1,5- Y 1,8-DIAMINOANTRAQUINONA.-

Solicitante: BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana, residente
en Leverkusen-Bayerwerk, República Federal Alemana.-

En la publicación alemana DOS 2.211.411 se describe un procedimiento para la obtención de aminoantraquinonas, según el cual las aminoantraquinona se obtienen a partir de nitroantraquinonas por reacción con amoniacó, sales amónicas o amidas, en presencia de una amida líquida

5.



bajo las condiciones de reacción. Aquí se efectúa la reacción a temperatura elevada, preferentemente entre 100 y 180°C, en caso dado bajo presión. Como amidas se emplean amidas orgánicas de bajo peso molecular, por ejemplo, formamida, urea o N-metilpirrolidona.

5.

La elaboración de la mezcla de reacción se efectúa según métodos en sí conocidos, por ejemplo, por separación por destilación de la amida o por precipitación de la aminoantraquinona con agua o por extracción.

10.

Si se procede, sin embargo, según las condiciones indicadas en esta publicación se parecía que, al emplear l-nitroantraquinona, la l-aminoantraquinona formada no es estable bajo las condiciones de reacción aplicadas y se forman numerosos productos secundarios indeseados. De la 1,5- o bien 1,8-dinitroantraquinona se obtienen las correspondientes diaminoantraquinonas solo en rendimientos reducidos.

15.

La l-aminoantraquinona, 1,5- o bien 1,8-diaminoantraquinona así obtenida no es sin embargo lo suficientemente pura para la ulterior elaboración a colorantes.

20.

Se ha descubierto ahora que se obtienen l-aminoantraquinona, 1,5- o 1,8-diaminoantraquinonas más puras, si las l-nitro- o bien las correspondientes dinitroantraquinonas se hacen reaccionar en éteres, hidrocarburos alifáticos y cicloalifáticos, hidrocarburos aromáticos, en caso dado, alquil-sustituidos, o en mezclas de estos disolventes, con amoniaco, preferentemente bajo presión y a temperatura elevada.

25.

Las aminoantraquinonas, así obtenidas, se pueden seguir elaborando a colorantes sin ulterior purificación, por ejemplo, destilativa.

30.

Eteres adecuados son especialmente los éteres alifá-



5. ticos, cicloalifáticos y aromáticos, tales como dibenciléter, di-sec-butiléter, diisopentiléter, etilenglicoldimetiléter, dietilenglicoldimetiléter, dietilenglicoldietiléter, metoxiciclohexano, etoxiciclohexano, diciclohexiléter, anisol, fenetol, difeniléter, 2-metoxinaftalina, tetrahidrofurano, dioxano, amilfeniléter, bencilisoamiléter, dibenciléter, diglicol-din-butiléter, glicolmetilenéter, metilbenciléter.

10. Hidrocarburos alifáticos y cicloalifáticos son, por ejemplo, n-pentano, n-hexano, n-heptano, ciclohexano, metilciclohexano, ciclododecano, decalina, cicloheptano, ciclopentano, n-decano, 1,2-dimetilciclohexano, 1,3-dimetilciclohexano, 1,4-dimetilciclohexano, 2,2-dimetilpentano, 2,3-dimetilpentano, 2,4-dimetilpentano, 3,3-dimetilpentano, isopropilhexano, metilciclohexano, 2-metilheptano, 3-metilheptano, 4-metilheptano, 15. 2-metilhexano, 3-metilhexano, 2-metiloctano, 3-metiloctano, 4-metiloctano, 2-metilpentano, 3-metilpentano, n-octano, penta-isobutano, trietilmetano, 2,2,3-trimetilpentano, 2,2,4-trimetilpentano, 2,3,3-trimetilpentano.

20. Hidrocarburos aromáticos adecuados son, por ejemplo, benceno, tolueno, o-, m-, p-xileno, isopropilbenceno, trimetilbenceno, dietilbenceno, tetrametilbenceno, diisopropilbenceno, isododecilbenceno, tetralina, naftalina, metilnaftalina, difenilo, difenilmetano, o-, m-, p-cimol, dibencilo, dihidronaftalina, 2,2'-dimetil-difenilo, 2,3'-dimetil-difenilo, 2,4'-dimetil-difenilo, 3,3'-dimetil-difenilo, 1,2-dimetil-naftalina, 25. 1,4-dimetilnaftalina, 1,6-dimetilnaftalina, 1,7-dimetilnaftalina, 1,1-difeniletano, hexametilbenceno, isoamilbenceno, pentametilbenceno, 1,2,3,4-tetrametilbenceno, 1,2,3,5-tetrametilbenceno, 1,2,7-trimetilnaftalina, 1,2,5-trimetilnaftalina.

30. El procedimiento según la presente invención se rea-



liza, en detalle, por ejemplo como sigue: a temperaturas de 100 - 220°C, preferentemente 140 - 200°C y con proporciones molares entre amoníaco y 1-nitroantraquinona (o bien dinitroantraquinona) de como mínimo 2 : 1 (o bien 4 : 1), preferentemente 10 : 1 a 40 : 1 y especialmente 15 : 1 a 35 : 1. La reacción se efectúa por lo general bajo presión, especialmente > 20, preferentemente > 50 atmósferas.

La duración de la reacción depende de la temperatura, de la presión y de la proporción molar, aumentando la velocidad de reacción según aumenta la temperatura, según aumenta la proporción molar y según aumenta la presión. Si se trabaja, por ejemplo, con 1-nitroantraquinona en una proporción molar de 10 : 1 a 200°C (150°C o bien 130°C) y a unas 100 atmósferas, entonces la reacción ha terminado después de 0,5 (3 o bien 5) horas, mientras, por ejemplo, con una proporción molar de 50 : 1 y a una temperatura de 100°C (30 : 1 a 130°C o bien 20 : 1 a 150°C) y a > 100 atmósferas se ha de contar con un periodo de reacción inferior a 5 horas (inferior a 4 o bien 0,5 horas).

Trabajando con 1,5 - ó bien 1,8-dinitroantraquinonas entonces la reacción, con una proporción molar de 60 : 1 (40 : 1 o bien 30 : 1) a 150°C y presiones superiores a 60 atmósferas, ha terminado después de 4 (7 o bien 11) horas, mientras, por ejemplo, a 200°C (100°C) con una proporción molar de 20 : 1 (80 : 1) y presiones superiores a 70 atmósferas se precisa de 1 hora (15 horas) para la reacción total.

El procedimiento se puede efectuar en forma continua o discontinua, adiabática o isotérmicamente.

La mezcla de reacción se puede elaborar según los métodos usuales, por ejemplo, por separación por filtración del producto cristalizado del disolvente orgánico, después de



enfirar a temperatura ambiente. La lejía madre que se obtiene se puede reciclar al proceso.

5. La elaboración e la mezcla de reacción se puede efectuar también separando el disolvente por destilación o precipitando la antraquinona con ayuda de un diluyente que reduzca la solubilidad de las aminoantraquinonas en la solución de reacción (por ejemplo éter de petróleo). Si es necesario se puede seguir purificando el producto de reacción mediante un tratamiento con ácidos, por ejemplo, ácido sulfúrico.

10. Como la solubilidad de la 1,5-diaminoantraquinona en disolventes orgánicos es considerablemente inferior a aquella de la 1,8-diaminoantraquinona se puede combinar la elaboración de la mezcla de reacción de la reacción de 1,5- y/o 1,8-dinitroantraquinona con amoníaco también con una precipitación fraccionada en la que primeramente se precipita la 1,5-diaminoantraquinona y, al seguir agregando diluyente, la 1,8-diaminoantraquinona.

15. La lejía madre que se obtiene, o bién el disolvente destilado, se pueden reciclar de nuevo al proceso. El agua que se forma durante la reacción puede ser extraída del circuito.

20. El objeto de la presente invención es, por lo tanto, un procedimiento para la obtención de 1-amino- y/o 1,5- y/o 1,8-diaminoantraquinona, que se caracteriza porque 1-nitroantraquinona y/o 1,5- y/o 1,8-dinitroantraquinona se hace reaccionar en éteres, hidrocarburos alifáticos y cicloalifáticos, hidrocarburos aromáticos, en caso dado alquil-sustituidos, o en mezclas de estos compuestos con amoníaco, preferentemente bajo presión, especialmente a presiones > 20 atmósferas, preferentemente > 50 atmósferas y bajo proporciones molares entre amoníaco y 1-nitroantraquinona (o bién dinitroantraquinona) de co-

25.

30.



mo mínimo 2 : 1 (o bién 4 : 1), especialmente de 10 : 1 a 40 : 1 (o bién 10 : 1 a 80 : 1), y preferentemente de 15 : 1 a 35 : 1 (o bién de 20 : 1 a 40 : 1), a temperaturas más elevadas, preferentemente a 100 - 220°C y especialmente a 140 - 200°C.

5. El procedimiento de la presente invención es asimismo adecuado para la obtención de l-aminòantraquinona pura a partir de mezcla de l-nitroantraquinona y 2-nitroantraquinona, tal y como se obtienen, por ejemplo, en la nitración de antraquinona después de separar las dinitroantraquinonas. Según el
10. procedimiento de la presente invención se hace reaccionar preferentemente el grupo nitro en la posición 1; si se interrumpe la reacción después de haber reaccionado totalmente la l-nitroantraquinona, se obtiene una mezcla de l-aminoantraquinona y 2-nitroantraquinona que se puede separar con facilidad.

15. Una posibilidad para la separación consiste, por ejemplo, en disolver la mezcla en ácido tal como por ejemplo ácido sulfúrico, después precipitar mediante diluición del ácido con agua (por ejemplo, ácido sulfúrico 50 - 70 %) primeramente la 2-nitroantraquinona y separarla, y a continuación precipitar
20. del filtrado, mediante ulterior diluición, la l-aminoantraquinona y aislarla.

- Otra posibilidad se obtiene, por ejemplo, por transformación de la l-aminoantraquinona en la l-tionilaminoantraquinona (patente US 2.479.943), fácilmente soluble en disolventes
25. orgánicos, tales como benceno o tolueno, pudiéndose separar así la 2-nitroantraquinona de difícil solubilidad. Objeto de la presente invención es, por lo tanto, también un procedimiento para la obtención l-aminoantraquinona, que está esencialmente libre de 2-aminoantraquinona, a partir de mezclas que contienen
30. l-nitroantraquinona y 2-nitroantraquinona, caracterizado porque



la mezcla se hace reaccionar en éteres, hidrocarburos alifáticos o cicloalifáticos, hidrocarburos aromáticos, en caso dado alquil-sustituidos, o en mezclas de estos compuestos con amoníaco, preferentemente bajo presión, especialmente a como

5. mínimo 20 atmósferas, preferentemente como mínimo 50 atmósferas, y con una proporción molar entre amoníaco y 1-nitroantraquinona de como mínimo 2 : 1, especialmente 10 : 1 a

10. 40 : 1 y preferentemente de 15 : 1 a 35 : 1, a temperatura más elevada, preferentemente a 100 - 220°C y especialmente a 140 - 200°C, hasta la reacción total de la 1-nitroantraquinona, y el producto de reacción se separa a continuación en 1-aminoantraquinona y 2-nitroantraquinona.

Según el procedimiento de la presente invención se pueden hacer reaccionar también mezclas de nitroantraquinona que, entre otros, contienen 1-nitroantraquinona así como 1,5-

15. y/o 1,8- dinitroantraquinona. En este caso se obtienen productos que contienen tanto 1-aminoantraquinona como 1,5- y/o 1,8- diaminoantraquinona. De tales productos se puede separar cómodamente la 1-aminoantraquinona pura por destilación

20. en vacío.

En comparación por el procedimiento conocido por la publicación alemana DOS 2.211.411 muestra el procedimiento de la presente invención la ventaja de que los disolventes orgánicos reivindicados no participan en la reacción y prácticamente no se forman productos secundarios indeseados. La

25. 1-aminoantraquinona, 1,5- y 1,8-diaminoantraquinona se puede seguir elaborando, por lo tanto a colorantes, sin tener que efectuar ulteriores operaciones de purificación.

Ejemplo 1

30. La mezcla de 257 g de 1-nitro-antraquinona (al 98,5%)



y 1 litro de xileno se hace reaccionar en el autoclave (~ 100 atm.) con 340 g de amoniaco durante un cuarto de hora a 170°C (proporción molar 20 : 1).

5. La mezcla de reacción se separa por succión después de enfriar a temperatura ambiente, el residuo se lava con poco xileno y se seca en vacío.

Rendimiento: 224 g de una 1-aminoantraquinona al 97% (97 % de la teoría).

10. Similares rendimientos y perezas se obtienen si, en lugar de xileno, se emplea tolueno, benceno 1,3,5-trimetilbenceno, isopropilbenceno, isododecilbenceno, difenilmetano, n-hexano, n-heptano, decalina, tetralina, metilciclohexano, ciclo-dodecano, n-dipropiléter, dibutiléter, dietilenglicol-dimetil-éter, dietilenglicol-dietiléter, metoxiciclohexano, dicitclohexiléter, anisol, fenetol, difeniléter, tetrahidrofurano, di-xano, o mezclas de estos disolventes.

15.

Ejemplo 2

20. Una mezcla de 255 g de 1-nitro-antraquinona (al 99%) y 1 litro de ciclohexano se hace reaccionar con 51 g de amoníaco (proporción molar 3 : 1) a 180°C y durante un periodo de reacción de 8 horas en el autoclave (40 atm.). La mezcla de reacción se agita, después de enfriar y separar el amoníaco, a temperatura ambiente, con 50 cc de ácido sulfúrico al 30 %; después se mezcla con 100 cc de agua y después de separar las fases se filtra. El residuo se lava, para retirar el ciclohexano adherido, con poco metanol, y a continuación neutro con agua y se seca.

25.

Rendimiento: 209 g de una 1-aminoantraquinona al 96 % (90 % de la teoría).

30.



Ejemplo 3

5. Una mezcla de 255 g de 1-nitro-antraquinona (al 99%) y 1 litro de etilenglicol-dimetiléter se hace reaccionar con 510 g de amoníaco a ~ 40 atm. (proporción molar 30 : 1) a 130°C y un tiempo de reacción de 4 horas en el autoclave. Después de enfriar se vierte la mezcla de reacción en 5 litros de agua y el precipitado obtenido se separa por succión, se lava con agua y se seca. Rendimiento: 217 g de una 1-amino-antraquinona al 97,4 % (95 % de la teoría).

10. Ejemplo 4

15. Después de reaccionar durante 0,5 horas 264 g de 1-nitro-antraquinona (al 96 %) con 340 g de amoniaco (proporción molar 20 : 1) en 1 litro de n-pentano a 150°C en el autoclave (aproximadamente 100 atm.) se libera la mezcla de reacción obtenida por destilación del disolvente. Residuo: 220 g de una 1-amino-antraquinona al 94,5 % (93 % de la teoría).

Ejemplo 5

20. 275 g de 1-nitro-antraquinona (al 92 %) que contiene 7 partes en peso de 2-nitro-antraquinona, se calienta con 1,8 litros de tolueno en el autoclave (~ 130 atm.) con 355 g de amoniaco (proporción molar 15 : 1) durante 0,5 horas a 180°C. Después de retirar el amoniaco se mezcla la mezcla de reacción enfriada, según la patente US 2.479.943, con 190 g de cloruro tionílico y se calienta durante 2 horas bajo reflujo, después
25. se mezcla con 10 g de carbón activo y se filtra en caliente. Al filtrado se le agregan 180 cc de metanol, se calienta durante 1 hora hasta hervir, el precipitado obtenido se separa por succión a temperatura ambiente, la torta de filtración se suspende en agua y el tolueno se expulsa con vapor de agua.
30. La suspensión caliente se separa por succión, se lava hasta



estar libre de ácido y se seca. Rendimiento: 209 g de una l-amino-antraquinona al 97 % (91 % de la teoría).

Ejemplo 6

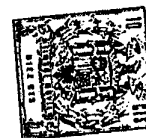
5. Después de una reacción durante 7 horas de 275 g de l-nitroantraquinona (al 92 %; 7 % en peso de 2-nitroantraquinona) en 1 litro de tolueno con 85 g de amoníaco (proporción molar 5 : 1) a 220°C en el autoclave (130 atm.) se separa la mezcla de reacción obtenida por succión a temperatura ambiente, el residuo se seca en vacío y se disuelve en un litro
10. de ácido sulfúrico concentrado. La solución se diluye en frío bajo adición de agua a un ácido al 60 %. Después de separar el precipitado obtenido por succión se vierte el filtrado sobre hielo. El precipitado obtenido se separa por succión, se lava neutro y se seca. Rendimiento: 209 g de l-amino-antraquinona
15. al 96 % (90 % de la teoría).

Ejemplo 7

- Una suspensión de 264 g/hora de l-nitro-antraquinona (al 96 %) en 2 litros de xileno/hora se hace reaccionar en forma continua en un autoclave dotado de agitador de 3 esca-
20. lones con 255 g/hora de amoníaco (proporción molar 15 :1) a 180°C y 100 atm. con un tiempo de residencia de 30 minutos. La mezcla de reacción enfriada se separa por succión en forma continua a temperatura ambiente, la lejía madre se recicla de nuevo al proceso, mientras el residuo se libera, con vapor
25. de agua, del xileno y a continuación se seca. Rendimiento por hora: 220 g de una l-amino-antraquinona al 94,1% (96 % de la teoría).

Ejemplo 8

- Publicación alemana DOS 2.211.411, ejemplo 1.
30. 26,3 g de l-nitro-antraquinona (al 96 %) se suspen-



den en 110 g de formamida. A 155°C se introduce gas de amoníaco.

5. Después de 4 horas se separa el disolvente por destilación y el residuo se lava con agua. Después de secar en vacío, se obtienen 22,5 g de una 1-amino-antraquinona al 70 % (71% de la teoría).

La obtención de la 1-nitro-antraquinona al 96 % empleada se efectuó según la publicación alemana DOS 2.039.822.

Ejemplo 9

10. La mezcla de 298 g de una mezcla de dinitro-antraquinona (41,7 % de 1,5-dinitro-antraquinona, 40,6 % en peso de 1,8 dinitroantraquinona) y 3 litros de tolueno se hace reaccionar en el autoclave con 340 g de amoníaco líquido durante 12 horas a 150°C y una presión de 60 atm. (proporción molar 20 : 1).

15. La mezcla de reacción se separa por succión después de destensar y enfriar a temperatura ambiente, el residuo se lava con poco disolvente y se seca en vacío.

20. Rendimiento: 230 g (40,5 % en peso de 1,5-diamino-antraquinona, 94 % de la teoría; 37,8 % en peso de 1,8-diamino-antraquinona, 90 % de la teoría).

El amoníaco sin reaccionar y el filtrado se pueden reciclar de nuevo al proceso.

Ejemplo 10

25. 298 g de 1,5-dinitroantraquinona (90 % en peso; 10 % en peso de 1,8-dinitro-antraquinona) se hacen reaccionar en 2 litros de tolueno con 680 g de amoníaco líquido (proporción molar 40 : 1) en el autoclave a 150°C y 50 atmósferas durante 7 horas. La mezcla de reacción se elabora como descrito en el ejemplo 9.

30.



Rendimiento 219 g (90 % en peso de 1,5-diamino-antraquinona, 92 % de la teoría).

5. Rendimientos y purezas similares se obtienen si en lugar de tolueno se emplea benceno, 1,3,5-trimetilbenceno, isopropilbenceno, isododecylbenceno, difenilmetano, n-hexano, n-heptano, decalina, tetralina, metilciclohexano, ciclo-dodecano, n-dipropiléter, dibutiléter, dietilenglicol-dimetiléter, dietilenglicol-dietiléter, metoxiciclohexano, dicitclohexiléter, anisol, fenetol, difeniléter, tetrahidrofurano, dioxano, o-xileno, m-xileno, p-xileno o mezclas de estos disolventes.
- 10.

Ejemplo 11

15. 298 g de 1,8-dinitro-antraquinona (90 % en peso de 1,8-dinitroantraquinona) se hacen reaccionar en 1 litro de xileno con 1,02 kg de amoniaco líquido (proporción molar 60 : 1) en el autoclave a 110 atm. y 150°C durante 4 horas y se elabora como descrito. Rendimiento: 190 g (90 % en peso de 1,8-diamino-antraquinona, 80 % de la teoría). Rendimientos y purezas similares se obtiene si en lugar de xileno se emplean los disolventes mencionados en el ejemplo 10.

20. Ejemplo 12

25. 298 g de una mezcla (53,9 % en peso de 1,5-dinitro-antraquinona; 46,1 % en peso de 1,8-dinitro-antraquinona) se hacen reaccionar en 1 litro de ciclohexano con 102 de amoniaco líquido (proporción molar 6 : 1) a 200°C durante 6 horas en el autoclave a 110 atm. Después de la elaboración descrita en el ejemplo 9 se obtienen 230 g (51,1 % en peso de 1,5-diamino-antraquinona, 92 % de la teoría; 40,9 % en peso de 1,8-diamino-antraquinona, 86 % de la teoría).

30. Ejemplo 13

298 g de la mezcla de dinitro-antraquinona indicada



en el ejemplo 12 se hacen reaccionar en 2 litros de glicoldimetiléter a 100°C y una presión de 60 atm. durante 15 horas con 1,36 kg de amoniaco líquido (proporción molar 80 : 1) en el autoclave.

5. La mezcla de reacción se vierte en agua. El precipitado obtenido se separa por succión, se lava con agua y se seca. Rendimiento: 230 g (53 % en peso de 1,5-diamino-antraquinona, 95 % de la teoría; 40,1 % en peso de 1,8-diamino-antraquinona, 85 % de la teoría).

10. Ejemplo 14

298 g de la mezcla de dinitro-antraquinona indicada en el ejemplo 4 se hacen reaccionar en 2 litros de xileno con 510 g de amoniaco (proporción molar 30 : 1) en el autoclave durante 11 horas de 150°C y 50 atm. Después de la elaboración descrita en el ejemplo 9 se obtienen 232 g (52,0 % en peso de 1,5-diamino-antraquinona, 94 % de la teoría; 42,3 % en peso de 1,8-diamino-antraquinona, 89 % de la teoría).

15.

Ejemplo 15

Según DOS 2.211.411 (análogo al ejemplo 1).

20.

29,8 g de una mezcla (7,6 % en peso de 1,5-dinitro-antraquinona; 38,5 % en peso de 1,8-dinitro-antraquinona) se suspenden en 111 g de formamida. A 155°C se introduce gas de amoníaco. Después de 4 horas ya no se puede demostrar por cromatografía de capa delgada ninguna dinitro-antraquinona.

25.

La mezcla de reacción se elabora por separación por destilación de la formamida, lavado del residuo con agua y secado. Rendimiento: 24,4 g (9,7 % en peso de 1,5-diamino-antraquinona, 22 % de la teoría; 20,2 % en peso de 1,8-diamino-antraquinona, 53 % de la teoría).

30.

Si la reacción se efectúa, por lo demás, bajo las



mismas condiciones, pero bajo presión, con una proporción molar de 20 : 1 se obtiene aproximadamente el mismo resultado.

N O T A

5. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas, son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el
10. invento corresponde a unas Solicitudes de Patente, presentadas en Alemania, bajo los números y fechas siguientes: P 23 14 218.9 de 22 de marzo de 1973 y P 23 30 230.9 de 9 de junio de 1.973; acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que
15. constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE 1-AMINOANTRAQUINONA, 1,5- Y 1,8-DIAMINOANTRAQUINONA; caracterizándose por lo siguiente:
20. 1.- Procedimiento para la obtención de 1-aminoantraquinona, 1,5- y 1,8-diaminoantraquinona, por reacción de las correspondientes nitro-antraquinonas con amoníaco, en disolventes orgánicos, caracterizado porque la reacción se efectúa en éteres, hidrocarburos alifáticos o cicloalifáticos, o hidrocarburos aromáticos, en caso dado alquil-sustituidos.
25. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la reacción se efectúa con bencenos alquílicos.
30. 3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque la reacción de la 1-nitro- antraquinona



con amoniaco se efectúa bajo presión en una proporción molar entre amoniaco y 1-nitro-antraquinona de como mínimo 2 : 1, especialmente de 10 : 1 a 40 : 1 y preferentemente de 15 : 1 a 35 : 1.

5. 4.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque la reacción se efectúa a 100 - 220°C, preferentemente a 140 - 200°C.

10. 5.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque para la obtención de 1-aminoantraquinona, que está prácticamente libre de 2-aminoantraquinona, a partir de mezclas que contienen 1-nitroantraquinona o 2-nitroantraquinona, las mezclas, hasta la completa reacción de la 1-nitroantraquinona, se mezclan en éteres, hidrocarburos alifáticos o cicloalifáticos o hidrocarburos aromáticos en caso dado alquil-sustituidos, en una proporción molar entre amoniaco : 1-nitroantraquinona de como mínimo 2 : 1 y temperatura elevada, con amoniaco y a continuación la mezcla de reacción se separa en la 1-aminoantraquinona y la 2-nitroantraquinona.

15. 6.- Procedimiento para la obtención de 1-aminoantraquinona, 1,5- y 1,8-diaminoantraquinona, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

20. Esta Memoria consta de 15 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 21 MAR. 1974

25. BAYER AKTIENGESELLSCHAFT.-

J. SCHNEZ AGUDO Y MOJET
p. p. Firmado: L. Gallo Fernández