



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

266010

(11) (B1)

(13)

(51) Int. Cl.⁴

C 07 D 275/04
C 07 D 275/06

(22) Přihlášeno 09 10 87

(21) PV 7317-87.V

(40) Zveřejněno 10 02 89

(45) Vydáno 13 06 90

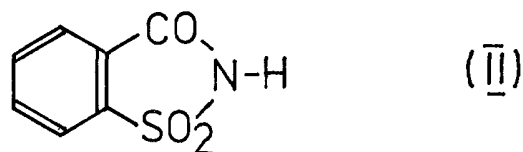
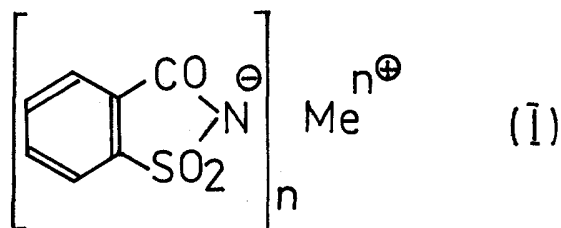
(75)

Autor vynálezu

HAMPL FRANTIŠEK ing. CSc., PRAHA, HÁJEK JIŘÍ ing., NERATOVICE,
KUBEŠ MIROSLAV, KOVÁNEC, DRAHOŇOVSKÝ JAN RNDr., DLOUHÝ IVO, NERATOVICE,
PALEČEK JAROSLAV doc. ing. CSc., SVOBODA JIŘÍ ing. CSc., PRAHA

(54) Způsob přípravy tuhých solí sacharinu

(57) Způsob přípravy tuhých solí sacharinu obecného vzorce I, kde Me značí alkalický kov sodík, draslík nebo lithium nebo kov ze skupiny alkalických zemin jako vápník nebo hořčík a nebo amoniový iont a n značí 1 nebo 2 neutralizaci kyselé formy sacharinu vzorce II působením odpovídajících uhličitánů nebo hydrogenuhličitánů amonných alkalických kovů nebo alkalických zemin spočívá v tom, že neutralizace se provádí v pevné fázi působením uhličitánů nebo hydrogenuhličitánů amonných a alkalických kovů nebo alkalických zemin na kyselou formu sacharinu vzorce II v ekvimolárním poměru reagujících složek při současné homogenizaci směsi popřípadě v přítomnosti 2 až 20 % hmot. vody, vztaženo na celkovou směs.



Vynález se týká způsobu přípravy tuhých solí sacharinu obecného vzorce I, kde Me^{n+} značí amoniový iont, alkalický kov, lithium, sodík, draslík nebo kov z řady alkalických zemin, vápník, hořčík, n značí 1 nebo 2.

Kovové soli sacharinu obecného vzorce I, zvláště sodná a vápenatá, našly široké uplatnění jako umělá sladidla v potravinářském i krmivářském průmyslu (Kirk-Othmer: Encyclopedia of Chemical Technology, 3. vydání, díl 22, J. Wiley, New York 1983; Ullmanns Encyklopädie der technischen Chemie, díl 22, str. 353, Verlag Chemie Weinheim 1982; Cranmer, M. F.: Saccharin, American Drug Research Institute, Inc. 1980). Další použití našly v galvanotechnice jako přísady při elektrolytickém vylučování lesklého niklu, nikl-železo, chrom a další AO č. 238 923, rumunské pat. spisy č. 80 139 a 83 199). Osvědčily se také jako složky katalyzátorů a adheziv (US pat. spis č. 4 452 955, Jpn. Kokai. Tokkyo Koho JP 130 296).

Doposud se soli sacharinu připravují z kyselé formy sacharinu v roztocích nebo suspenzích působením hydroxidů, hydrogenuhlíčanů nebo uhličitánů výše uvedených kationtů a následujícím částečným nebo úplným odpařením vody nebo organického rozpouštědla. Tak například AO č. 158 550 připravuje tímto způsobem amonnou sůl, španělské patentové spisy č. 463 478 a 509 932 získávají vápenatou sůl tak, že k vodné suspenzi sacharinu vzorce II za míchání při teplotě 50 až 55 °C přidávají uhličitán vápenatý, až pH směsi dosáhne hodnoty 4,5 až 4,75. Po filtraci roztoku se odpaří voda a získá se tuhý produkt. DE zveřejněný spis č. 2 610 853 využívá chloridu vápenatého v polárním aprotickém rozpouštědle (například dimethylformamidu) v přítomnosti akceptorů protonů. Japonský pat. spis č. 7 417 562 chrání způsob neutralizace pomocí hydroxidu vápenatého v roztoku methylcellosolve při 90 °C, načež se krystalická vápenatá sůl odsaje a promyje isopropylalkoholem. Patentní spis DD č. 215 310 chrání způsob získání soli z methanolického roztoku sacharinu působením hydroxidu sodného.

Společnými nevýhodami výše uvedených způsobů přípravy solí sacharinu obecného vzorce I je jednak vysoká energetická náročnost procesu, odpařování velkého množství rozpouštědla a jednak manipulace s relativně velkými objemy. Tyto skutečnosti kladou značné nároky i na technologická zařízení. V případě přípravy soli krystalizací ze zahuštěných roztoků se pak podstatně snižují výtěžky a narůstají problémy ekologického charakteru se zpracováním matečných louhů.

Na tyto známé postupy navazuje v pozitivním smyslu způsob podle vynálezu, který výše uvedené nedostatky odstraňuje. Podstata způsobu podle vynálezu spočívá v tom, že se neutralizace provádí v pevné fázi působením uhličitánů nebo hydrogenuhlíčanů amonných, alkalických kovů nebo alkalických zemin na kyselou formu sacharinu vzorce II v ekvimolárním poměru reagujících složek při současné homogenizaci směsi, popřípadě v přítomnosti 2 až 20 % hmot. vody, vztaženo na celkovou směs. Homogenizace se provádí při teplotě 5 až 40 °C po dobu 10 až 50 hodin dokud konverze kyselé formy sacharinu vzorce II na sůl obecného vzorce I nedosáhne minimálně 95 % hmot. V případě, že konverze nedosáhne této hodnoty, ztrácí produkt velmi často původní zrnitost a tvoří se velké kusovité nehomogenní částice. Jako uhličitán a hydrogenuhlíčitán alkalického kovu nebo alkalické zeminy se použije uhličitán nebo hydrogenuhlíčitán sodný, draselný, lithný, vápenatý nebo hořečnatý. Pro urychlení reakce je výhodné po dokonalém promíchání reakčních složek přidat pozvolna 2 až 20 % hmotnostních vody, tak aby reakce probíhala stále v tuhé fázi. Část vody se z reakční směsi odstraní při reakci vznikajícím oxidem uhličitým. Způsob podle vynálezu je možné vyrobit po dosušení bezvodý produkt obecného vzorce I nebo po přidání vypočteného množství vody získat produkt ve formě hydrátu, například sodnou sůl bezvodou, monohydrát nebo dihydrát.

Významnou výhodou způsobu podle vynálezu je možnost dávkovat k získanému produktu obecného vzorce I ještě v tomtéž místě zařízení další tuhé přísady a tak připravovat libovolné směsi pro potravinářský a krmivářský průmysl nebo pro další technická použití, například v galvanotechnice, přípravě katalyzátorů, adheziv a podobně. Způsob podle vynálezu

má řadu dalších výhod:

- a) provádí se v libovolném mísicím zařízení; s minimálními nároky na spotřebu energií;
- b) z hlediska pracnosti a výtěžnosti je velice efektivní;
- c) z ekologického hlediska se jedná o bezodpadovou technologii, takže není zatížen dodatečnými náklady na čištění odpadních vod a jiných produktů.

Způsob podle vynálezu je demonstrován na několika příkladech, které jsou pouze ilustrativní a žádným způsobem neomezují rozsah předmětu vynálezu.

P ř í k l a d 1

Do šnekového mísiče bylo dáno 5,00 kg tuhé kyselé formy sacharinu vzorce II, 2,29 kg hydrogenuhlčitanu sodného a po dokonalé homogenizaci směsi bylo během 8 hodin přidáno 800 ml vody. Po dalších 16 hodinách míchání bylo získáno 6,53 kg dihydrátu sodné soli obecného vzorce I, kde Me značí sodík.

P ř í k l a d 2

Způsobem popsaným v příkladu 1 z 5,00 kg tuhé sacharinu vzorce II a 1,89 kg uhličitane draselného po přidavku 100 ml vody byla po ukončené konverzi získána draselná sůl dosušena v mísicím zařízení teplým vzduchem. Bylo získáno 5,80 kg draselné soli sacharinu obecného vzorce I, kde Me značí draslík.

P ř í k l a d 3

Způsobem popsaným v příkladu 2 bylo z 5,00 kg tuhé sacharinu vzorce II a 1,37 kg uhličitane amonného získáno 5,38 kg amonné soli sacharinu obecného vzorce I, kde Me značí amoniový iont.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Způsob přípravy tuhých solí sacharinu obecného vzorce I, kde Me značí alkalický kov, sodík, draslík nebo lithium nebo kov ze skupiny alkalických zemin jako vápník nebo hořčík a nebo amoniový iont a n značí 1 nebo 2, neutralizací kyselé formy sacharinu vzorce II působením odpovídajících uhličitanů nebo hydrogenuhlčitanů alkalických kovů nebo alkalických zemin nebo amonných, vyznačený tím, že se neutralizace provádí v pevné fázi působením uhličitanů nebo hydrogenuhlčitanů amonných, alkalických kovů nebo alkalických zemin na kyslou formu sacharinu vzorce II v ekvimolárním poměru reagujících složek při současné homogenizaci směsi, popřípadě v přítomnosti 2 až 20 % hmot. vody, vztaženo na celkovou směs.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že se jako uhličitan nebo hydrogenuhlčitan alkalického kovu nebo alkalické zeminy použije uhličitan nebo hydrogenuhlčitan sodný, draselný, titný, vápenatý nebo hořečnatý.

