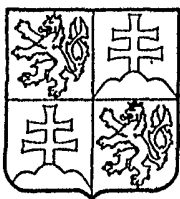


ČESKÁ A SLOVENSKÁ
FEDERATIVNÍ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

267 350

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁴
C 07 C 143/44

(21) PV 1813-88.K
(22) Přihlášeno 21 03 88

(40) Zveřejněno 13 06 89
(45) Vydáno 30 04 92

(75) Autor vynálezu

SOHLER ERVÍN RNDr.CSc.,
VANEK JURAJ ing.,
KVASNIČKA JOZEF ing.,
GÁLIKOVÁ ROSEMARIE RNDr., BRATISLAVA,
MRVA BOHUMÍR ing., JUR PRI BRATISLAVE,
KOVAČIČ HENRICH, PEZINOK,
LACKO JURAJ, BRATISLAVA

(54)

Spôsob výroby 4-hydroxybenzénsulfónovej kyseliny

(57) Riešenie sa týka spôsobu výroby 4-hydroxybenzénsulfónovej kyseliny reakciou fenolu s kyselinou sírovou, prípadne oleom pri teplote 70 až 110° C tak, že kyselina sírová, prípadne oleum sa postupne pridáva k fenolu v priebehu 1 až 3 hodín, pričom mólový pomer medzi fenolom a kyselinou sírovou je 1 : 1 až 1,05, potom sa reakčná zmes udržiava 1 až 2 hodiny pri teplote 80 až 110° C a po ochladení na 30 až 70° C sa zriedi vodou o teplote 10 až 25° C v hmotnostnom pomere k reakčnej zmesi 1 : 0,1 až 0,5.

Vynález sa týka spôsobu výroby 4-hydroxybenzénsulfónovej kyseliny reakciou fenolu s kyselinou sírovou, prípadne s kyselinou s obsahom voľného oxidu sírového.

Kyselina 4-hydroxybenzénsulfónová má široké uplatnenie v chemickom priemysle. Používa sa pri výrobe farbív, polyesterových vlákien, ako aj pri výrobe medziproduktov farmaceutík. V poslednej dobe kyselina 4-hydroxybenzénsulfónová voľná alebo vo forme sodnej soli nachádza uplatnenie ako katalyzátor pri výrobe herbicidu chloridazonu.

Doteraz sú známe viaceré spôsoby výroby kyseliny 4-hydroxybenzénsulfónovej. Jedným z najbežnejších je priama sulfonácia fenolu. Podľa DE 141 751 /1897/ sa zmieša rovnaké množstvo fenolu s 98 %-nou kyselinou sírovou za ochladenia, potom sa reakčná zmes zahreje na 150° C počas 10 hodín a po pridaní ďalšej kyseliny sírovej zmes sa zahrieva ďalších 6 hodín pri 110° C. Ďalší postup prípravy 4-hydroxybenzénsulfónovej kyseliny spočíva v sulfonácii fenolu s 1,1 dielmi kyseliny sírovej pri 110° C počas 36 hodín /Kirk Othmer Encyclopedia of Chemical Technology 10, 374/.

Vo FR 893 369 sa opisuje sulfonácia aromatických zlúčenín s kyselinou sírovou za kvantitatívneho azeotropického odstraňovania reakciou vzniknutej vody pomocou inertného rozpúšťadla. Týmto postupom sa dosiahol 80 %-ný výťažok 4-hydroxybenzénsulfónovej kyseliny. Luczyn a kol. /Chem. Abstr. 91, 107 806, 1979/ opisujú sulfonáciu fenolu s kyselinou sírovou pri teplote 95 až 150° C v sklenenej kolóne za súčasného protiprúdneho pôsobenia inertného rozpúšťadla. Týmto postupom sa získala v 80 %-nom výťažku zmes sulfónových kyselín. V JP 7015019 sa uvádza príprava 4-hydroxybenzénsulfónovej kyseliny sulfonáciou fenolu s kyselinou sírovou pri teplote 90 až 100° C počas 16 hodín. Parrod /Compt.Rend. 230, 450, 1950/, opisuje sulfonáciu fenolu s kyselinou sírovou v závislosti na teplote. Podľa výsledkov zistil, že pri sulfonácii fenolu za účelom prípravy 4-hydroxybenzénsulfónovej kyseliny vzniká až 11 % 2-hydroxybenzénsulfónovej kyseliny. Ďalším negatívnym znakom doteraz známych postupov výroby 4-hydroxybenzénsulfónovej kyseliny sulfonáciou fenolu je vznik pomerne vysokého podielu /až 10 %/ 2,4-hydroxybenzéndisulfónovej kyseliny.

Teraz bol zistený spôsob výroby 4-hydroxybenzénsulfónovej kyseliny reakciou fenolu s kyselinou sírovou, prípadne s kyselinou sírovou s obsahom voľného oxidu sírového podľa vynálezu. Podstata vynálezu spočíva v tom, že k tavenine fenolu o teplote 70 až 110° C sa postupne pridáva počas 1 až 3 hodín kyselina sírová prípadne kyselina sírová s obsahom voľného oxidu sírového, pričom mólový pomer medzi fenolom a kyselinou sírovou je 1 : 1 až 1,05. Potom sa reakčná zmes udržiava ešte 1 až 2 hodiny pri teplote 80 až 110° C. Po ochladení na 30 až 70° C sa reakčná zmes zriedi vodou o teplote 10 až 25° C v hmotnostnom pomere k reakčnej zmesi 1 : 0,1 až 0,5.

Výhodou spôsobu podľa vynálezu je skutočnosť, že jednoduchým postupom sa dosiahne vysoký výťažok 4-hydroxybenzénsulfónovej kyseliny o vysokej čistote, ktorá sa môže ďalej používať bez ďalšieho čistenia napríklad pri výrobe herbicidu chloridazonu.

Následujúce príklady ozrejmuju, ale neobmedzujú predmet vynálezu.

Príklad 1

Do banky sa predložilo 139,7 g fenolu, ktorý sa zohrial na teplotu 90° C. K tavenine fenolu sa rovnomerne pridávala kyselina sírová v množstve 148,1 g o koncentrácii 98,3 % za stáleho miešania počas 2 hodín, pričom teplota reakčnej zmesi sa udržiavala pri 90 až 105° C. Po vydávkovaní kyseliny sírovej reakčná zmes sa udržiavala pri uvedenej teplote ďalšiu hodinu. Po uplynutí uvedenej doby reakčná zmes sa ochladila na 40° C a za stáleho chladenia sa zriedila so 64 g vody. Takto získaná reakčná zmes obsahovala 70,5 % 4-hydroxybenzénsulfónovej kyseliny, čo predstavuje 96 %-ný výťažok.

2,4-Hydroxybenzéendisulfónová kyselina predstavovala menej ako 0,2 % v reakčnej zmesi.

Príklad 2

Postupom ako v príklade 1 s rozdielom, že sa použilo 139,2 g olea s obsahom 20,49 % oxidu sírového, získala sa reakčná zmes s obsahom 73,1 % 4-hydroxybenzéensulfónovej kyseliny čo predstavuje výťažok 97,1 % teórie.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob výroby 4-hydroxybenzéensulfónovej kyseliny reakciou fenolu s kyselinou sírovou prípadne s kyselinou sírovou s obsahom voľného oxidu sírového, vyznačujúci sa tým, že k tavenine fenolu o teplote 70 až 110° C sa postupne pridáva v priebehu 1 až 3 hodín kyselina sírová prípadne kyselina sírová obsahujúca voľný oxid sírový, pričom mólový pomer medzi fenolom a kyselinou sírovou je 1 : 1 až 1,05, reakčná zmes sa potom udržiava 1 až 2 hodiny pri teplote 80 až 110° C a po ochladení na 30 až 70° C sa zriedi vodou o teplote 10 až 25° C v hmotnostnom pomere k reakčnej zmesi 1 : 0,1 až 0,5.