



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

209628

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.³
C 07 C 7/12

/22/ Přihlášeno 20 05 80
/21/ /PV 3515-80/

(40) Zveřejněno 27 02 81

(45) Vydáno 15 02 83

(75)

Autor vynálezu

ČERVENÝ LIBOR ing. CSc., MARHOUL ANTONÍN,
RŮŽIČKA VLASTIMIL prof. dr. ing. DrSc., PRAHA a HORA ALOIS ing.,
PODĚBRADY

(54) Způsob čištění rozpustných solí nitrobenzensulfonových kyselin

Vynález se týká zpracování zejména nitrobenzensulfonové kyseliny, sloužící jako meziprodukt při syntézách dalších látek, jako vanilinu a etylvanilinu. Řeší problém odstraňování nečistot a zamezení otravy hydrogenačních katalyzátorů. Jeho podstata spočívá v tom, že se vodný roztok uvedené kyseliny připouští přes pevný adsorpční materiál, jako aktivní uhlí, silikagel nebo křemelinu, použitý v práškovité formě nebo ve formě granulí.

Vynález může být využit zejména v parfumářství.

Vynález se týká způsobu čištění rozpustných solí nitrobenzensulfonových kyselin. Nej-používanější z těchto kyselin je m-nitrobenzensulfonová kyselina, která je výchozí látkou pro výrobu m-aminobenzensulfonové kyseliny, nebo slouží jako meziprodukt při některých dal-ších syntézách, například vanilinu a etylvanilinu.

Při výrobě nitrobenzensulfonových kyselin se vychází z nitrobenzenu, který se v dalším stupni sulfonuje, nejčastěji oleem. Izolace se pak provádí tak, že se celá směs zneutrali-zuje vápnem, přičemž se sulfokyselina převede na ve vodě rozpustnou vápenatou sůl a neroz-pustný síran vápenatý se odstraní filtrací. Vápenatá sůl se pak převede na sodnou, která je v řadě případů používána dále jako taková, nebo se okyselením převádí na volnou kyselinu. Zdrojem nečistot mohou být jednotlivé látky, používané při výrobě nebo látky, vznikající v reakční směsi vedlejšími reakcemi, ojediněle též látky, které se do reakční směsi dostanou druhotně, většinou náhodnými způsoby. V surové kyselině m-nitrobenzensulfonové byly napří-klad nalezeny nitrobenzen a dinitrobenzen, 2,4-dinitrochlorbenzen, 4-nitrochlorbenzen a di-(3-nitrofenyl)-sulfon. Všechny tyto látky mohou být při dalším zpracování m-nitroben-zensulfonové kyseliny na obtíž, zvláště pak při katalytické hydrogenaci nebo i při syntéze vanilinu, kde je jedním z reakčních meziproduktů příslušný hydroxylaminoderivát vznikající redukcí m-nitrobenzensulfonové kyseliny hliníkem.

V daném případě nemusejí nečistoty ovlivňovat pouze průběh m-nitrobenzensulfonové kyse-liny, ale mohou ovlivňovat průběh kterékoli reakce v systému probíhající. V důsledku pří-tomnosti těchto nečistot dochází k otravě hydrogenačních katalyzátorů a výchozí m-nitroben-zensulfonová kyselina, resp. její sodná sůl je pro katalytickou hydrogenaci prakticky nepou-žitelná. Je-li znečištěná m-nitrobenzensulfonová kyselina, resp. její sodná sůl použita v pro-cesu výroby etylvanilinu, je jeho výtěžek významně snižován.

Uvedené potíže je možno velmi dobře odstranit způsobem čištění rozpustných solí nitro-benzensulfonových kyselin podle vynálezu. Jeho podstata spočívá v tom, že se vodný roztok rozpuštěné soli nitrobenzensulfonové kyseliny přepouští přes pevný adsorpční materiál, s vý-hodou aktivní uhlí, silikagel a křemelinu, použitý v práškovité formě v množství hmotnostní koncentrace od 0,01 až 5 % na hmotu vodného roztoku soli nitrobenzensulfonové kyseliny nebo ve formě granulí.

Vynález je dostatečně objasněn v následujících příkladech konkrétního provedení.

P ř í k l a d 1

K vodnému roztoku sodné soli surové m-nitrobenzensulfonové kyseliny, obsahujícímu asi 20 % této látky, bylo přidáno 1 % hmotnostní karborafinu, směs byla 2 hodiny míchána a po-té byl karborafin odfiltrován. Byla provedena katalytická hydrogenace nitroskupiny na Pt katalyzátoru za normálních podmínek, a to tak, že pro ni byl použit čistěný a nečistěný vodný roztok m-nitrobenzensulfonanu sodného. Rychlost hydrogenace byla v případě čistěného roztoku dvojnásobná ve srovnání s roztokem nečistěným.

P ř í k l a d 2

Čistěný a nečistěný vodný roztok m-nitrobenzensulfonanu sodného podle příkladu 1 byl použit v procesu syntézy etylvanilinu. Výtěžky byly 80 %, resp. 40 % theorie.

P ř í k l a d 3

Stejných výsledků jako v příkladech 1 a 2 bylo dosaženo při použití silikagelu, křeme-liny a aktivní hlinky jakožto pevných materiálů pro adsorpci nečistot, obsažených v surovém m-nitrobenzensulfonanu sodném.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob čištění rozpustných solí nitrobenzensulfonových kyselin, vyznačující se tím, že se vodný roztok rozpuštěné soli nitrobenzensulfonové kyseliny přepouští přes pevný adsorpční materiál, s výhodou aktivní uhlí, silikagel a křemelinu, použitý v práškovité formě v množství hmotnostní koncentrace od 0,01 až 5 % na hmotu vodného roztoku soli nitrobenzensulfonové kyseliny nebo ve formě granulí.