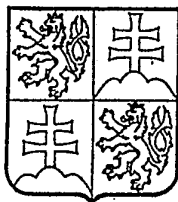


ČESKÁ A SLOVENSKÁ
FEDERATIVNÍ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

273 936

(21) PV 2790-89.K
(22) Přihlášeno 06 05 89

(40) Zveřejněno 14 08 90
(45) Vydáno 25 05 92

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁵
C 07 C 215/44

(75) Autor vynálezu ŽALOUDEK JOSEF dipl. tech.,
TOUŠ KAREL, ÚSTÍ NAD LABEM

(54) Způsob přípravy l-amino-7-naftolu

(57) Řešením je způsob přípravy l-amino-7-naftolu alkalickým tavením alkalické soli l-naftylamin-7-sulfonové kyseliny, který spočívá v tom, že se do roztaveného hydroxidu draselného, obsahujícího případně až 30 % hydroxidu sodného, dává v teplotním rozmezí 200 až 240 °C 40 až 65% vodný roztok l-naftylamin-7-sulfonanu draselného, případně jeho směs s maximálním obsahem 40 mol. % l-naftylamin-7-sulfonanu sodného, načež se reakční směs udržuje v teplotním rozmezí 210 až 235 °C až do ukončení reakce.

Vynález se týká způsobu přípravy l-amino-7-naftolu alkalickým tavením l-naftylamin-7-sulfonů. l-amino-7-naftol se používá jako barvářský meziprodukt k dalším syntézám, z nichž nejširší použití má l-acetamino-7-naftol, který se z něho získá acetylací. l-acetamino-7-naftol slouží jako významná pasivní komponenta k výrobě celé řady kovokomplexních azobarviv.

Příprava l-amino-7-naftolu se provádí alkalickým tavením suchého l-naftylamin-7-sulfonanu sodného nebo se k tavení používá suchá l-naftylamin-7-sulfonová kyselina. V obou případech se tyto látky vnášejí do roztaveného, vodou nasyceného hydroxidu draselného při teplotě kolem 210 °C. Při zvýšené teplotě 230 °C se alkalické tavení ukončí.

Průběh alkalického tavení je rozhodující pro výtěžnost a čistotu l-amino-7-naftolu. V případě, že se do roztaveného hydroxidu draselného vnáší suchá l-naftylamin-7-sulfonová kyselina, dochází k exothermní neutralizační reakci této kyseliny s hydroxidem draselným a k následné zvýšené tvorbě pryskyřic. V druhém případě, kdy se tavení provádí vnášením suchého l-naftylamin-7-sulfonanu sodného do roztaveného hydroxidu draselného, dochází k velmi obtížnému rozpouštění této sodné soli v roztaveném hydroxidu draselném a tím k prodloužení reakční doby tavení. Prodlužování reakční doby alkalického tavení má s ohledem na velmi nízkou stabilitu l-amino-7-naftolátu draselného v podmínkách tavení rovněž nepříznivý vliv na dosahovanou výtěžnost a kvalitu l-amino-7-naftolu.

Výše uvedené nevýhody odstraňuje způsob přípravy l-amino-7-naftolu alkalickým tavením alkalické soli l-naftylamin-7-sulfonové kyseliny hydroxidem draselným podle vynálezu, jehož podstatou je, že se do roztaveného hydroxidu draselného, případně obsahujícího až 30 % hydroxidu sodného, dává v teplotním rozmezí 200 až 240 °C 40 až 65% vodný roztok l-naftylamin-7-sulfonanu draselného, případně jeho směs s maximálním obsahem 40 % mol l-naftylamin-7-sulfonanu sodného, načež se reakční směs udržuje v teplotním rozmezí 210 až 235 °C až do ukončení reakce.

Výhody postupu jsou ve vyšší výtěžnosti a kvalitě získaného l-amino-7-naftolu. Další výhody jsou v tom, že není třeba sušit l-naftylamin-7-sulfonovou kyselinu či připravovat a sušit l-naftylamin-7-sulfonan sodný, což má výhody energetické, a v tom, že odpadá příprava l-naftylamin-7-sulfonanu sodného. Další výhodou je v možnosti plynulého a regulovaného dávkování vodného roztoku sulfonanu či směsi sulfonů do tavicího kotle a vytvoření inertní parní atmosféry nad hladinou taveniny. Vyšší výtěžnost přináší výhody nejen ekonomické, ale i ekologické.

Příklad 1

Do laboratorního tavicího kotle se předloží 600 g hydroxidu draselného 100% a 72 g hydroxidu sodného 100%. Vody se přidá tolik, aby vznikl 70% roztok hydroxidů po vyhřátí na teplotu 210 °C. Při této teplotě se do roztavené hmoty za míchání dává plynule 770 g téměř vroucího roztoku l-naftylamin-7-sulfonanu draselného, přičemž se během dávkování teplota taveniny zvyšuje na 225 °C.

Roztok draselné soli se připraví z vlhké krystalické l-naftylamin-7-sulfonové kyseliny tak, že se do vypočteného množství vody za míchání střídavě vnáší šupinky hydroxidu draselného a vlhká krystalická l-naftylamin-7-sulfonová kyselina a teplota se postupně zvyšuje na 97 °C. Vnášení obou složek musí být přibližně ekvimolární, jinak při větším předávkování hydroxidu draselného dochází k vysolování l-naftylamin-7-sulfonanu draselného. K přípravě roztoku draselné soli se dává 101,5 g 100% hydroxidu draselného, 400 g l-naftylamin-7-sulfonové kyseliny 100%, takže po neutralizaci vznikne 468 g 100% l-naftylamin-7-sulfonanu draselného s přebytkem 1 g KOH. Zbytek tvoří voda včetně reakční a obsažené ve vlhké l-naftylamin-7-sulfonové kyselině.

Po přidavku roztoku l-naftylamin-7-sulfonanu draselného se teplota taveniny zvýší na 230 °C a na této teplotě se udržuje až do zreagování l-naftylamin-7-sulfonanu draselného. Potom se tavenina velmi zvolna zředí vodou na celkový objem 1 600 ml. Izolace l-amino-7-naftolu z tohoto roztoku se provede tak, že po neutralizaci minerální kyselinou se dekantací oddělí minerální soli. Surový l-amino-7-naftol se přečistí rozpouštěním na vodorozpustný hydrochlorid a po oddělení nevodorozpustných sloučenin se po neutralizaci z roztoku vyloučí l-amino-7-naftol, který se separuje filtrací a promytím vodou. Získá se 228 g 100% l-amino-7-naftolu, což odpovídá výtěžnosti 80 % teorie na použitou l-naftylamin-7-sulfonovou kyselinu.

Příklad 2

Do laboratorního kotle se předloží 700 g hydroxidu draselného 100% a tolik vody, aby vznikl 70% roztok hydroxidu draselného po vyhřátí na teplotu 210 °C. Při této teplotě se do roztavené hmoty za míchání začne plynule přidávat 800 g téměř vroucího vodného roztoku směsi 70 mol % l-naftylamin-7-sulfonanu draselného a 30 mol % l-naftylamin-7-sulfonanu sodného, přičemž se během dávkování teplota taveniny zvyšuje na 225 °C.

Směsný roztok l-naftylamin-7-sulfonanu se připraví obdobně jako v příkladu 1 roztok l-naftylamin-7-sulfonanu draselného. K přípravě tohoto směsného roztoku se nejprve dává 71,3 g 100% hydroxidu draselného a potom 21,5 g 100% hydroxidu sodného. Oba hydroxidy se musí dávkovat přibližně v ekvimolárním množství s 400 g l-naftylamin-7-sulfonovou kyselinou.

Po přidavku směsného roztoku l-naftylamin-7-sulfonanu draselného a sodného se teplota taveniny zvýší na 230 °C a na této teplotě se udržuje až do skončení reakce. Další postup je shodný s příkladem 1.

Získá se 233 g 100% l-amino-7-naftolu, tj. 81,7 % teorie na použitou l-naftylamin-7-sulfonovou kyselinu.

Příklad 3

Do laboratorního tavicího kotle se předloží 710 g hydroxidu draselného (100%) a tolik vody, aby vznikl 70% roztok hydroxidu draselného. Po vyhřátí na teplotu 200 °C se do roztaveného hydroxidu draselného začne plynule přidávat 1 000 g 46,8% téměř vroucího vodného roztoku l-naftylamin-7-sulfonanu draselného tak, aby teplota byla v rozmezí 200 až 240 °C. Po přidavku tohoto vodného roztoku se teplota upraví na 220 °C a na této teplotě se obsah udržuje až do ukončení reakce.

Další postup je shodný s příkladem 1.

Roztok l-naftylamin-7-sulfonanu draselného se připraví obdobně jako u příkladu 1. Po izolaci se získá 230 g 100% l-amino-7-naftolu, což odpovídá výtěžnosti 80,6 % teorie na použitou l-naftylamin-7-sulfonovou kyselinu.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy l-amino-7-naftolu alkalickým tavením alkalické soli l-naftylamin-7-sulfonové kyseliny, vyznačený tím, že se do roztaveného hydroxidu draselného, případně obsahujícího až 30 % hydroxidu sodného, dává v teplotním rozmezí 200 až 240 °C 40 až 65% vodný roztok l-naftylamin-7-sulfonanu draselného, případně jeho směs s maximálním obsahem 40 % mol l-naftylamin-7-sulfonanu sodného, načež se reakční směs udržuje v teplotním rozmezí 210 až 235 °C až do ukončení reakce.