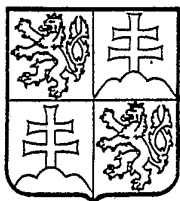


ČESKÁ A SLOVENSKÁ
FEDERATIVNÍ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

273 983

(21) PV 4437-89.E
(22) Přihlášeno 21 07 89

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

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁵
C 07 C 311/08

(75) Autor vynálezu HAMPL FRANTIŠEK ing. CSc., PRAHA;
KŘIVÁNKOVÁ IRENA ing., ÚSTÍ NAD LABEM,
GOMOLA RUDOLF ing., NERATOVICE;
SÖHNEL OTAKAR ing. DrSc., ÚSTÍ NAD LABEM

(54) Způsob izolace směsi 2- a 4-toluensulfonamidu

(57) Řešení zjednodušuje technologii izolace 2- a 4-toluensulfonamidu ze zbytku po rafinaci 2-toluensulfonamidu. Podstatou řešení spočívá v tom, že ze zbytku po rafinaci se připraví vodná suspenze, která se 1 až 60 minut udržuje při teplotě 105 až 200 °C za rovnovážného tlaku v systému. Po ochlazení se oddělí vodná vrstva, ze které se dalším ochlazením vykrystaluje směs 2- a 4-toluensulfonamidu. Vodná suspenze může obsahovat kyselinu sírovou a/nebo chlorovodíkovou.

Vynález se týká způsobu izolace směsi 2- a 4-toluensulfonamidu ze zbytku po rafinaci surového 2-toluensulfonamidu při výrobě sacharinu Fahlbergovým - Remsenovým způsobem.

Směs 2- a 4-toluensulfonamidu je cenná surovina používaná například jako modifikátor vlastností; zejména fenolformaldehydových; močovinoformaldehydových a melaminoformaldehydových pryskyřic; jako surovina pro výrobu desinfekčních prostředků na bázi chloraminů a jako leskutvorné přísady do galvanických pokovovacích lázní. Tyto směsi (například Ketjenflex^R - Nizozemí; Neramid^R - ČSSR) se získávají zpracováním zbytků po rafinaci surového 2-toluensulfonamidu, který obsahuje také zbývající izomery (3- a 4-toluensulfonamid); ditolylsulfony a různé pryskyřičnaté látky.

Zpracování zbytků z rafinace surového 2-toluensulfonamidu se dosud provádí dvěma způsoby. Podle čs. autorského osvědčení č. 255 641 se zbytek po rafinaci rozpustí ve vodném roztoku alkalického hydroxidu a po separaci nerozpustných nečistot a fyzikální iontové sorpci zbarvujících příměsí se směs 2- a 4-toluensulfonamidu uvolní z roztoku příslušných solí působením minerální kyseliny. Tímto způsobem lze ze zbytku po rafinaci získat více než 90 % toluensulfonamidů v něm obsažených. Nevýhodou tohoto způsobu je však nedokonalé odstranění zbarvujících příměsí, což je na závadu v řadě aplikací. Zbytek po rafinaci surového 2-toluensulfonamidu lze zpracovat na žádanou směs 2- a 4-toluensulfonamidu tak, že se louží za atmosférického tlaku vodou o teplotě 80 až 90 °C. Přitom se vodná fáze nasýtí toluensulfonamidy, které po ochlazení vykristalují. Matečný roztok obsahuje část toluensulfonamidu a zakonzentrované ditolylsulfony a pryskyřičnaté látky. Kvalita získaného produktu umožňuje jeho použití v libovolném odvětví; nevýhodou tohoto způsobu je však nízká výtěžnost procesu okolo 30 % vztaženo na původní obsah toluensulfonamidů (podle množství použité vody) a vznik značného množství odpadních vod.

Výhodnějším se jeví způsob izolace směsi 2- a 4-toluensulfonamidu ze zbytku po rafinaci surového 2-toluensulfonamidu; obsahujícího dále zejména 3-toluensulfonamid a ditolylsulfony, podle předkládaného vynálezu; jehož podstata spočívá v tom, že se z tohoto zbytku připraví vodná suspenze o koncentraci 1 až 30 % hmot., která se po dobu 1 až 60 minut udržuje při teplotě 105 až 200 °C za rovnovážného tlaku v systému; potom se z reakční směsi po případném ochlazení oddělí vodná vrstva; ze které se ochlazením vykristaluje směs 2- a 4-toluensulfonamidu. Roztok pro přípravu vodné suspenze může obsahovat kyselinu sírovou a/nebo chlorovodíkovou v koncentraci 0,05 až 10 % hmot. Ochlazovací krystalizaci lze provádět řízeně rychlostí 1 až 25 k/h za přítomnosti nukleační násadý krystalů téže fáze v množství 1 až 20 % hmot. vylučující se fáze.

Vynález je založen na zjištění, že toluensulfonamidy jsou za teploty nad 100 °C a tlaku odpovídajícímu tenzi vodní páry za dané teploty mísitelné s vodou; takže přecházejí bez zbytku do vodní fáze; zatímco v organické fázi zůstanou ostatní nežádoucí látky; tj. ditolylsulfony; pryskyřičnaté a zbarvující látky.

Výhodnost způsobu izolace toluensulfonamidu podle vynálezu spočívá v tom, že lze takto připravit směs 2- a 4-toluensulfonamidu vysoké čistoty s vysokým výtěžkem až kolem 65 %. Způsob podle vynálezu se při průmyslové realizaci vyznačuje nízkou pracností; nízkou spotřebou vody a minimálním množstvím odpadu. Čistotu produktu lze zvýšit podle potřeby opakováním celého čistícího procesu.

Přídavkem kyseliny sírové nebo chlorovodíkové do vodné suspenze zvyšuje oddělitelnost vodní vrstvy; přídavkem nukleační násadý zvyšuje velikost produkováných krystalů.

Příklady provedení

Příklad 1

Do autoklávu bylo předloženo 100 g odpadního amidu o složení: 31,7 % hmot. 4-toluensulfonamidu; 9,0 % hmot. 3-toluensulfonamidu; 46,3 % hmot. 2-toluensulfonamidu; 0,8 % hmot. 2,2'-ditolylsulfonu; 0,2 % hmot. 2,3'-ditolylsulfonu; 8,5 % hmot. 2,4'-ditolylsulfonu,

0,8 % hmot. 3,4'-ditolylsulfonu; 2,7 % hmot. 4,4'-ditolylsulfonu a doplněno na celkovou hmotnost 1 000 g vodou. Autokláv byl zahřát na teplotu 150 °C (přetlak 0,4 MPa) a za uvedených podmínek udržován 20 minut. Potom byl autokláv volně ochlazen na 90 °C, otevřen a horní čirá vodná vrstva byla oddělena od spodní olejovité vrstvy. Vodná vrstva byla za míchání řízeně ochlazená na 25 °C rychlostí 10 K/h; vykrytalovaná tuhá fáze byla odseparována, promyta studenou vodou a vysušena. Bylo získáno 48 g bílé krystalické látky o složení: 38,7 % hmot. 4-toluensulfonamidu; 5,0 % hmot. 3-toluensulfonamidu; 54,8 % hmot. 2-toluensulfonamidu a 0,4 % hmot. 2,4'-ditolylsulfonu; 0,1 % hmot. 4,4'-ditolylsulfonu.

Příklad 2

Provedení stejné jako v příkladu 1 s tím, že ke směsi odpadního amidu a vody se přidá 0,6 ml konc. H_2SO_4 . Výtěžek se zvýšil oproti příkladu 1 na 58 g v důsledku lepší oddělitelnosti vodné a olejovité vrstvy v autoklávu.

Příklad 3

Provedení stejné jako v příkladu 1 s tím, že se měnila velikost vsádky zpracovávaného odpadního amidu od 50 g až do 250 g. Výtěžek klesal od 65 % při vsádce 50 g až na 30 % při vsádce 250 g.

Příklad 4

Provedení stejné jako v příkladu 1 s tím, že do oddělené vodné fáze se při teplotě 85 °C vneslo 5 % vyloučené tuhé fáze z předchozí operace. Střední velikost částic produktu se tímto opatřením zvětšila z 0,2 mm na 0,45 mm.

P R E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Způsob izolace směsi 2- a 4-toluensulfonamidu ze zbytku obsahujícího jako další příměsi zejména 3-toluensulfonamid a ditolylsulfony; který odpadá při rafinaci surového 2-toluensulfonamidu; vyznačující se tím, že se z tohoto zbytku připraví vodná suspenze o koncentraci 1 až 30 % hmot.; která se po dobu 1 až 60 minut udržuje při teplotě 105 až 200 °C za rovnovážného tlaku v systému; potom se z reakční směsi po případném ochlazení oddělí vodná vrstva, ze které se ochlazením vykrytaluje směs 2- a 4-toluensulfonamidu.
2. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že roztok pro přípravu vodné suspenze obsahuje kyselinu sírovou a/nebo chlorovodíkovou v koncentraci 0,05 až 10 % hmot.
3. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že ochlazovací krystalizace se provádí řízeně rychlostí 1 až 25 K/h za přítomnosti nukleační násadky krystalů téže fáze v množství 1 až 20 % hmot. vylučující se fáze.