



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

256 840

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 09 12 86
(21) PV 9093-86.C

(51) Int. Cl.⁴
C 07 C 143/60

(40) Zveřejněno 17 09 87
(45) Vydáno 01 02 89

(75)
Autor vynálezu.

KROUPA JAN RNDr. CSc.,
ŠARBORT JIŘÍ ing.,
VALCHA PETR ing.,
ROMAN JAN ing., PARDUBICE

(54)

Způsob výroby 2-naftylamin-6,8-disulfonové kyseliny

Způsob výroby 2-naftylamin-6,8-disulfonové kyseliny Buchererovou reakcí tak, že reakci se čpavkem za přítomnosti siřičitanových či disiřičitanových aniontů při teplotě 140 až 195 °C a tlaku 1 až 4 MPa se podrobí dvojamonná sůl 2-naftol-6,8-disulfonové kyseliny, přičemž molární poměr dvojamonné soli 2-naftol-6,8-disulfonové kyseliny a čpavku 1 : 3 až 9, s výhodou 1 : 5. 2-naftylamin-6,8-disulfonová kyselina se používá jako barvářský meziprodukt.

Vynález se týká způsobu výroby 2-naftylamin-6,8-disulfonové kyseliny. Jeho podstata spočívá v reakci diamonné soli 2-naftol-6,8-disulfonové kyseliny s amoniakem za přítomnosti siřičitanových či disiřičitanových aniontů.

K výrobě některých aminoderivátů se v naftalenové řadě často užívá tzv. Buchererovy reakce, spočívající v reakci příslušného naftolu s amoniakem za přítomnosti siřičitanových či disiřičitanových aniontů. Reakce se provádějí většinou při teplotě 150 až 180 °C za zvýšeného tlaku v autoklávu.

V případě výroby aminoderivátů aromatických sulfokyselin se při Buchererově reakci nevychází z volných sulfokyselin, nýbrž ze sodných či draselných solí, vznikajících při izolacích příslušných naftolsulfokyselin z produktů sulfonace 1- či 2-naftolu. Při výrobě 2-naftylamin-6,8-disulfonové kyseliny se vychází z dvojdraselné soli 2-naftol-6,8-disulfokyseliny, neboť tato sulfokyselina se izoluje z produktu sulfonace 2-naftolu po jeho neutralizaci hydroxidem draselným ve formě málo rozpustné dvojdraselné soli. Buchererova reakce v tomto případě probíhá zpravidla při tlaku 2 až 3 MPa a teplotě 170 až 190 °C, přičemž za těchto podmínek se dosáhne požadované konverze -OH skupiny na skupinu -NH₂ 95 až 96 % po reakční době 30 hodin. Tato dlouhá reakční doba je značně nevýhodná, neboť vyžaduje dodání značného množství energie, snižuje kapacitu výrobního zařízení a zvyšuje opotřebení aparatury na jednotku produkce. Další nevýhodou použití dvojdraselné soli je skutečnost, že výsledný produkt obsahuje určité množství anorganických příměsí vzniklých z anorganických látek, především pak kyseliny sírové, přítomných v pastě dvojdraselné soli 2-naftol-6,8-disulfonové kyseliny, neboť tato pasta obsahuje v důsledku nepříliš dobré filtrovatelnosti produktů cca 2 až 3 % anorganických látek, převážně kyseliny

sírové.

258 840

Bylo zjištěno, že uvedené nedostatky lze odstranit podle vynálezu tím, že jako výchozí suroviny pro výrobu 2-naftyl-6,8-disulfonové kyseliny se místo dvojdraselné soli 2-naftol-6,8-disulfonové kyseliny použije soli dvojamonné, připravené například dle AO 246 653.

Postup dle vynálezu spočívá v tom, že dvojamonná sůl 2-naftol-6,8-disulfonové kyseliny se za přítomnosti čpavku a disiřičitanových či disiřičitanových aniontů podrobí Buchererově reakci při teplotě 150 až 195 °C a tlaku 1 až 4 MPa, přičemž molární poměr diamonné soli 2-naftol-6,8-disulfokyseliny a čpavku je 1:3 až 9, s výhodou 1:5. Při použití tohoto postupu se ve srovnání s použitím dvojdraselné soli 2-naftol-6,8-disulfokyseliny dosáhne zkrácení reakční doby na 1/4, kromě toho takto připravená 2-naftylamin-6,8-disulfokyselina obsahuje menší množství nežádoucích anorganických látek.

Vyrobenou 2-naftylamin-6,8-disulfokyselinu lze užít buď přímo, nebo po převedení na sůl dvojsodnou k právě důležitých barvářských meziproduktů, např. k výrobě 2-naftylamin-3,6,8-trisulfokyseliny nebo 2-amino-8-hydroxy-6-naftalensulfonové kyseliny (tzv. gama kyseliny).

Postup dle vynálezu lze ilustrovat těmito příklady:

Příklad 1

Do laboratorního nerezového míchaného autoklávu o užitečném objemu 1,2 l bylo nasazeno 582 g 85,8% 2-naftol-6,8-disulfonové kyseliny ve formě dvojamonné soli, 27 g disiřičitanu sodného, 472 ml 26% čpavkové vody a 155 g vody. Obsah autoklávu byl vyhřát během 1 hodiny na 160 °C, pak byla během pěti hodin zvýšena teplota na 185 °C. Po 1 hodině reakce při 185 °C bylo tímto postupem dosaženo 96,1% konverze 2-naftol-6,8-disulfokyseliny na 2-naftylamin-6,8-disulfokyselinu.

Příklad 2

Do autoklávu popsaného v příkladu 1 bylo nasazeno 610 g

85,8% kyseliny 2-naftol-6,8-disulfonové ve formě dvojamonné soli, 28 g disiřičitanu sodného, 560 ml 26% čpavkové vody a 160 ml vody. Reakční směs byla během 1 hodiny zahřáta na 160 °C, poté byla teplota zvýšena během 4 hodin na 180 °C. V průběhu reakce při 180 °C dosáhl tlak v autoklávu hodnoty 2,0 MPa. Po 2 hodinách reakční doby při této teplotě bylo dosaženo konverze 2-naftol-6,8-disulfokyseliny na 2-naftylamin-6,8-disulfokyselinu z 96,5 %.

Příklad 3

Do autoklávu popsaného v příkladu 1 bylo nasazeno 508 g 75% 2-naftol-6,8-disulfokyseliny ve formě dvojamonné soli, 150 ml 26% vodného roztoku siřičitanu amonného, 571 g 16% čpavkové vody, 90 g kapalného čpavku a 195 g vody. Po 6 hodinách reakce při 190 °C bylo dosaženo konverze 2-naftol-6,8-disulfokyseliny na 2-naftylamin-6,8-disulfokyselinu z 96,6 %.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob výroby 2-naftylamin-6,8-disulfonové kyseliny Buchererovou reakcí, vyznačený tím, že reakci se čpavkem za přítomnosti siřičitanových či disiřičitanových aniontů při teplotě 140 až 195 °C a tlaku 1 až 4 MPa se podrobí dvojamonná sůl 2-naftol-6,8-disulfonové kyseliny, přičemž molární poměr dvojamonné soli 2-naftol-6,8-disulfonové kyseliny a čpavku 1:3 až 9, s výhodou 1:5.