

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

256226

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.⁴

C 07 C 143/55

(22) Přihlášeno 12 11 86

(21) PV 8180-86.S

(40) Zveřejněno 13 08 87

(45) Vydáno 15 12 88

(75)

Autor vynálezu

ČERNÝ JOSEF, ŽALOUDEK JOSEF, dipl. tech., Ústí nad Labem

(54) Způsob výroby 6-nitro-1-diazo-2-naftol-4-sulfonové kyseliny

Účelem řešení je způsob výroby 6-nitro-1-diazo-2-naftol-4-sulfonové kyseliny. Účelu se dosahuje nitrací 1-diazo-2-naftol-4-sulfonové kyseliny a provádí se v prostředí kyseliny sírové o koncentraci 83 až 93 % hmot.

Vynález se týká způsobu výroby 6-nitro-1-diazo-2-naftol-4-sulfonové kyseliny, která je významným meziproduktem k přípravě azobarviv. Vyrábí se nitrací 1-diazo-2-naftol-4-sulfonové kyseliny.

Dosavadní způsob výroby 6-nitro-1-diazo-2-naftol-4-sulfonové kyseliny popisovaný v BIOS 1 152 str. 91 je založen na nitraci 1-diazo-2-naftol-4-sulfonové kyseliny v kyselině sírové o koncentraci 94 až 97 % hmot. Před nitrací připravená koncentrace kyseliny sírové 97 % hmot. se během nitrace vznikající reakční vodou zředí na 94 % hmot. a při této koncentraci nitrace končí. Nevýhoda tohoto postupu spočívá především v tom, že při rozmíchávání vodu obsahující 1-diazo-2-naftol-4-sulfonové kyseliny v kyselině sírové je nutné použít k vázání vody značného množství olea, aby bylo možno dosáhnout před nitrací koncentraci kyseliny sírové 97 % hmot. Použití olea s sebou nese dále uvedené negativní důsledky. Při dávkování 1-diazo-2-naftol-4-sulfonové kyseliny dochází působením silně reaktivního SO_3 k její částečné oxidaci a případně též k sulfonaci, což se projevuje na snížené kvalitě, eventuálně i výtěžnosti po nitraci připravené 6-nitro-1-diazo-2-naftol-4-sulfonové kyseliny.

Hydratace kysličníku sírového na kyselinu sírovou je silně exothermní reakce, což zvyšuje nároky na spotřebu chladicí energie a v druhé řadě prodlužuje dobu trvání přípravy suspenze 1-diazo-2-naftol-4-sulfonové kyseliny v kyselině sírové před vlastní nitrací. Další nepříznivý vliv použití kysličníku sírového ve formě olea je ekologického charakteru s ohledem na to, že tvoří s vlhkým ovzduším těžce absorbovatelnou mlhu kyseliny sírové, která zhoršuje okolní prostředí a zvyšuje korozi výrobního zařízení.

Výše uvedené nevýhody odstraňuje způsob podle vynálezu, který spočívá v tom, že se nitrace 1-diazo-2-naftol-4-sulfonové kyseliny provádí v prostředí kyseliny sírové o koncentraci 83 až 93 % hmot. K přípravě suspenze 1-diazo-2-naftol-4-sulfonové kyseliny před nitrací v rozsahu 83 až 93 % hmot. kyseliny sírové není nutné používat olea a k její přípravě postačí koncentrovaná kyselina sírová.

Při ředění nitrační hmoty má způsob podle vynálezu výhodu v tom, že hydratací kyseliny sírové o nižší koncentraci se uvolňuje menší množství tepla, čímž se snižuje spotřeba chladicí energie.

Navržený způsob podle vynálezu v důsledku použití nižší koncentrace kyseliny sírové a odstranění dávkování olea snižuje hmotnost nežádoucí odpadní kyseliny sírové po izolaci 6-nitro-1-diazo-2-naftol-4-sulfonové kyseliny.

P ř í k l a d 1

Do baňky se předloží

- 400 g 98,5 % hmot. kyseliny sírové a za míchání a vnějšího chlazení se během 1 hodiny přidá do max. teploty 20 °C
 - 216 g 77,8% vlhké (obsah vody 20,1 %) 1-diazo-2-naftol-4-sulfonové kyseliny. Po rozmíchání 1-diazo-2-naftol-4-sulfonové kyseliny se při teplotě 15 °C přikape za neustálého vnějšího chlazení
 - 47,3 g 100% HNO_3 . Po přidání kyseliny dusičné se obsah 1 hodinu při 15 °C míchá. Takto získaná hmota se za míchání přidá do 200 ml vody a
 - 900 g ledu tak, aby teplota nepřestoupila 10 °C.
- Vzniklá suspenze 6-nitro-1-diazo-2-naftol-4-sulfonové kyseliny se 2 hodiny míchá a při teplotě 16 °C se dokonale odfiltruje 6-nitro-1-diazo-2-naftol-4-sulfonová kyselina.

Získá se 307 g vlhké krystalické 6-nitro-1-naftol-4-sulfonové kyseliny s obsahem 60,1 %, což odpovídá výtěžnosti 93 % teorie.

P ř í k l a d 2

Do baňky se předloží

400 g 98 % hmot. kyseliny sírové a za míchání a vnějšího chlazení se do max. teploty 20 °C přidá

235 g 71,5% vlhké (obsah vody 26,5 %) 1-diazo-2-naftol-4-sulfonové kyseliny. Po rozmíchání 1-diazo-2-naftol-4-sulfonové kyseliny se pokračuje v nitraci a izolaci a izolaci stejně jako u příkladu 1.

Získá se 285 g vlhké krystalické 6-nitro-1-diazo-2-naftol-4-sulfonové kyseliny s obsahem 65 % hmot. 6-nitro-1-diazo-2-naftol-4-sulfonové kyseliny, což odpovídá výtěžnosti 93,4 % teorie.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob výroby 6-nitro-1-diazo-2-naftol-4-sulfonové kyseliny nitrací 1-diazo-2-naftol-4-sulfonové kyseliny v prostředí kyseliny sírové vyznačený tím, že se nitrace provádí v prostředí kyseliny sírové o koncentraci 83 až 93 % hmotnosti.