



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU 216 126

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(61)

(23) Výstavní priorita

(22) Přihlášeno 28 11 80

(21) (PV 8241-80)

(11) (B 1)

(51) Int. Cl.⁷

C 07 C 143/55

// D 06 L 3/12

(40) Zveřejněno 31 07 81

(45) Vydáno 15 08 84

(75)

Autor vynálezu

KMONÍČKOVÁ SVĚTLA ing., BUKOVKA

DRÁBEK JOSEF ing., KOSTELEČ U HEŘMANOVA MĚSTCE

ČERMÁK JIŘÍ ing. CSc.,

MUDROCH JAROSLAV, PARDUBICE

(54)

Způsob přípravy 4,4'-dinitrostilben-2,2'-disulfokyseliny

Vynález se týká způsobu přípravy 4,4'-dinitrostilben-2,2'-disulfokyseliny oxidací 4-nitrotoluen-2-sulfokyseliny v prostředí hydroxidu sodného chlornanem sodným a spočívá v tom, že se v reakční směsi před oxidací udržuje koncentrace hydroxidu sodného v rozmezí 0,1 mol/l až 0,9 mol/l; 4,4'-dinitrostilben-2,2'-disulfokyselina je jedním z důležitých meziproductů pro přípravu barviv a opticky zjasňujících prostředků.

Vynález se týká způsobu přípravy 4,4'-dinitrostilben-2,2'-disulfokyseliny chlornanem sodným v alkalickém prostředí.

4,4'-dinitrostilben-2,2'-disulfokyselina je jedním z důležitých meziproduktů pro přípravu barviv a opticky zjasňujících prostředků. Cesty k její průmyslové přípravě jsou všeobecně známy a spočívají v oxidativní kondenzaci dvou molekul 4-nitrotoluen-2-sulfokyseliny v alkalickém prostředí.

Dlouholetou výrobou byl ustálen násoadový postup výroby 4,4'-dinitrostilben-2,2'-disulfokyseliny oxidací 4-nitrotoluen-2-sulfokyseliny chlornanem sodným v prostředí hydroxidu sodného. Podle tohoto způsobu se 4-nitrotoluen-2-sulfokyselina rozpustí ve vodě, zneutralizuje roztokem hydroxidu sodného a upraví vodou na koncentraci pod 0,3 mol/l. Po vyhřátí roztoku nad 75 °C se roztok zalkalizuje přidávkem dalšího roztoku hydroxidu sodného tak, aby jeho koncentrace před počátkem oxidace byla nad 0,9 mol/l. Průběh vlastní reakce se řídí připouštěním chlornanu sodného například podle potenciometrické indikace. Z reakční směsi se 4,4'-dinitrostilben-2,2'-disulfokyselina izoluje po ochlazení okyselené reakční směsi na 20 °C.

Nevýhodou tohoto postupu je především vysoká spotřeba hydroxidu sodného, který má pouze funkci prostředí a katalyzátoru reakce a po skončené oxidaci se všechen zneutralizuje některou minerální kyselinou, například kyselinou sírovou. Následkem toho obsahuje reakční směs velké množství anorganických solí, jejichž obsah kolísá v závislosti na obsahu kyseliny sírové ve výchozí 4-nitrotoluen-2-sulfokyselině. Anorganické soli způsobují vylučování meziproduktu reakce, tj. 4,4'-dinitrodibenzyl-2,2'-disulfokyseliny a vlivem špatné rozpustnosti tohoto meziproduktu dochází k prodloužení reakce a dále zvýšení spotřeby chlornanu sodného, a tím i omezení koncentrace vstupní suroviny. Toto nedovoluje zvýšit kapacitu stávajícího zařízení bez investičních nákladů. Dalším nedostatkem stávajícího postupu je především značné znečištění odpadních vod anorganickými solemi, jež nelze zachytit před vypouštěním do vodních toků. Vysoký obsah anorganických solí vadí i při izolaci 4,4'-dinitrostilben-2,2'-disulfokyseliny, kdy podchlazením reakční směsi pod 20 °C dochází k vylučování přítomného síranu sodného, který tak znesnadňuje filtraci a vadí při následném zpracování na 4,4'-diaminostilben-2,2'-disulfokyselinu.

Tyto nedostatky odstraňuje způsob přípravy 4,4'-dinitrostilben-2,2'-disulfokyseliny oxidací 4-nitrotoluen-2-sulfokyseliny v prostředí hydroxidu sodného chlornanem sodným podle potenciometrické indikace při 70 až 100 °C, který podle vynálezu spočívá v tom, že se koncentrace hydroxidu sodného v reakční směsi před oxidací 4-nitrotoluen-2-sulfokyseliny udržuje v rozmezí 0,1 až 0,9 mol/l. Snížení koncentrace hydroxidu sodného pod 0,9 mol/l dovoluje zvýšení koncentrace 4-nitrotoluen-2-sulfokyseliny nad 0,31 mol/l, aniž by docházelo k prodloužení reakční doby a snížení výtěžku tvorbou vedlejších produktů.

Hlavní výhodou způsobu přípravy 4,4'-dinitrostilben-2,2'-disulfokyseliny podle vynálezu je především úspora hydroxidu sodného; snížení množství hydroxidu sodného do reakčního prostředí se promítá dále sníženým obsahem anorganických solí, tím nižší solností odpadních vod, jež je žádoucí z hlediska ekologického.

Další výhodou postupu podle vynálezu je možnost zvýšení kapacity stávajícího výrobního

zařízení až o 35 % v důsledku vyšší koncentrace vstupní 4-nitrotoluen-2-sulfokyseliny; tím se snižuje dále množství odpadních vod na 1 t produktu. Vzhledem k nižšímu obsahu anorganických solí v reakční směsi je možné ochladit reakční směs pod 20 °C, aniž by se riskovalo vy-loučení síranu sodného, negativně ovlivňujícího filtraci a další zpracování na 4,4'-diamino-stilben-2,2'-disulfokyselinu.

Výtěžek izolované 4,4'-dinitrostilben-2,2'-disulfokyseliny připravené podle vynálezu je stejný jako u způsobu dosud používaného.

Následující příklad uvádí způsob přípravy podle vynálezu. Není-li uvedeno jinak, rozumějí se ve všech případech díly hmotnostní:

108,6 dílu 4-nitrotoluen-2-sulfokyseliny se rozpustí v 800 dílech vody, zneutralizuje hydroxidem sodným a vyhřeje na 82 °C. Pak se upraví koncentrace 4-nitrotoluen-2-sulfokyseliny na 0,425 mol/l a po přidání 100 dílů roztoku hydroxidu sodného o koncentraci 10 mol/l se oxi-duje postupným dávkováním 49 dílů chlornanu sodného ve formě vodného roztoku o koncentraci 140 až 180 g/l podle potenciometrické indikace. Reakční doba je 40 až 50 minut a obsah 4,4'-dinitrostilben-2,2'-disulfokyseliny v reakční směsi je 86 % teorie. Izolace se provádí filtrací ochlazené reakční směsi na 20 °C.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy 4,4'-dinitrostilben-2,2'-disulfokyseliny oxidací 4-nitrotoluen-2-sulfo-kyseliny v prostředí hydroxidu sodného chlornanem sodným podle potenciometrické indikace při 70 až 100 °C, vyznačený tím, že se v reakční směsi před oxidací udržuje koncentrace hydroxidu sodného v rozmezí 0,1 mol/l až 0,9 mol/l.