

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

266 182

(11)

(13) n1

(51) Int. Cl.⁴
C 07 C 143/30

(21) PV 2334-88.D
(22) Přihlášeno 06 04 88

(40) Zveřejněno 14 03 89
(45) Vydáno 13 07 90

(75)

Autor vynálezu

PAŠTÁLKA KAREL ing., CHRUDIM, ROMAN JAN ing., PARDUBICE

(54)

Způsob přípravy naftalen-1,3,6-trisulfonové kyseliny

(57) Řešení se týká způsobu přípravy naftalen 1,3,6-trisulfonové kyseliny. Podstata spočívá v tom, že se reakční směs naftalenmonosulfonových kyselin, případně ve směsi s oleem, vnáší do předložené 100% kyseliny sírové a případně olea nebo do předložené reakční směsi, získané trisulfonací naftalenu, a olea tak, aby teplota vznikající reakční směsi nepřekročila 60 °C. Reakce se dokončí přidávkem zbytku sulfonačního činidla a vyhřátím na vyšší teplotu.

Vynález se týká způsobu přípravy naftalen-1,3,6-trisulfonové kyseliny.

Dosud známé způsoby přípravy výše uvedeného sloučeniny spočívají v monosulfonaci naftale-
nu při teplotě pod 100 °C, s výhodou kolem 80 °C za vzniku naftalen-1-sulfonové kyseliny,
jež se ohřátím na teplotu 145 °C přesmykuje na naftalen-2-sulfonovou kyselinu v takovém
množství, že oba izomery jsou ve výsledné reakční směsi přítomny v poměru 15:85. Reakční
směs se následně ochladí, zředí přidávkou 100 % kyseliny sírové a při teplotě pod teplotou
varu oxidu sírového, tj. pod 44 °C se do ní přidává oleum zpravidla v jedné až třech dávkách,
přičemž se pokaždé reakční směs vyhřeje ke zreagování přidaného olea. Možnou variantou
této technologie je přidávání olea za vyšší teploty bez zředování monohydrátem, avšak
s nejistými výtěžky a ztrátami oxidu sírového odparem. Nevýhodou výše uvedeného postupu
je, že vnášení monohydrátu do reakční směsi naftalensulfonových kyselin za teplot kolem
80 °C katalyzuje přesmyk naftalen-2-sulfonové kyseliny na naftalen-1-sulfonovou kyselinu,
a tím dochází ke snižování výtěžnosti a čistoty naftalen-1,3,6-trisulfonové kyseliny.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob přípravy naftalen-1,3,6-trisulfonové kyseliny
podle tohoto vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že se reakční směs naftalenmonosulfono-
vých kyselin případně ve směsi s oleem vnáší do předložené 100% kyseliny sírové a případně
olea nebo do předložené reakční směsi, získané trisulfonací naftalenu, a olea tak, aby
teplota vznikající reakční směsi nepřekročila 60 °C, načež se reakce dokončí přidávkou
zbytku sulfonačního činidla a vyhřátím na vyšší teplotu.

Postupem podle vynálezu se zamezí nežádoucí zpětný přesmyk naftalen-2-sulfonové kyseliny
na naftalen-1-sulfonovou kyselinu, čímž dojde ke zvýšení výtěžnosti a čistoty naftalen-1,3,6-
trisulfonové kyseliny.

Pro objasnění podstaty vynálezu jsou uvedeny následující příklady:

P ř í k l a d 1

2,0 mol. naftalenu technické kvality se smíchají s 3,5 mol. kyseliny sírové 100 %
a směs se vyhřeje během 45 minut na 80 °C, kde se 1 hodinu udržuje. Dále se teplota zvýší
během 1 hodiny na 145 °C a jednu hodinu se udržuje. Reakční směs se převede do topené
děličky vyhříváné na 145 °C a dává se do reaktoru s předloženými 2,5 mol. kyseliny
sírové 100 % tak, aby teplota v reaktoru nepřesáhla 60 °C, avšak s výhodou 40 °C. Po nadávko-
vání reakční směsi se započne s dávkováním olea v množství 2,8 mol. oxidu sírového do
teploty max. 85 °C avšak s výhodou 40 °C. Najednou se přidají další 2,0 mol. oxidu sírového
v podobě olea a teplota tím stoupne ze 40 °C na 70 až 85 °C. Reakční směs se vyhřívá 1,5 h
na 150 °C a 2,5 hodiny se udržuje na této teplotě. Potom se ochladí na 60 °C a najednou
se přidá dalších 1,26 mol. oxidu sírového jako oleum k dokončení reakce. Vše se vyhřeje
za 1,5 hodiny na 155 až 160 °C a udržuje se 1,5 hodiny na této teplotě.

Složení reakční směsi v organické fázi (% hmot.)

-1,3,6-	-1,3,7-	-1,3,5-	sulfony	-2,6 + 2,7-	-1,3,5,7-
76,6	16,0	6,4	0,5	0,6	

Dopracováním reakční směsi po sulfonaci až do stádia 1-aminonaftalen-8-hydroxy-3,6-di-
sulfonové kyseliny, tzv. H-kyseliny činil výtěžek celého řetězce 44,9 % th. proti 41,3 %
th. docíleným klasickým postupem při srovnatelné kvalitě vstupních surovin.

P ř í k l a d 2

Je přesnou replikací příkladu č. 1 s tím rozdílem, že na předložení se místo kyseliny
sírové 100 % použije část reakční směsi po nadávkování 1 dávky olea z předchozí operace.
Výtěžek a složení shodné s příkladem č. 1.

P ř í k l a d 3

Po monosulfonaci provedené postupem shodným s příkladem č. 1 se reakční směs převede do topené děličky vyhřívané na 145 °C a dávkuje se do reaktoru s předloženým 2,5 mol. kyseliny sírové 100 % současně s oleem tak, aby teplota v reaktoru nepřesáhla 60 °C avšak s výhodou 40 °C. Poměr dávkování reakční směsi a oleem je volitelný v celém rozmezí nánady a to od poměru RS:OL = 100 %:0 což je vlastně příklad č. 1 až do poměru RS:OL = 100 %:100 %. Při dávkování obou komponent je však žádoucí, aby reakční směs byla alespoň v mírném předstihu před oleem. Opačný poměr tj. předstih v dávkování olea včetně extrémního případu dávkování reakční směsi do olea naopak vedl ke zhoršování kvality a výtěžku (IV). Nejvýhodnější hmotový poměr RS:OL se přitom jeví od 1,5 do 3:1, který poskytuje nejlepší výtěžek a kvalitu (IV). Po nadávkování olea se ev. zbytek olea přidá buď najednou nebo ve dvou dávkách způsobem, který je popsán v př. č. 1.

Složení reakční směsi v organické fázi (% hmot.)

-1,3,6-	-1,3,7-	-1,3,5-	sulfony	-2,6- + 2,7-	-1,3,5,7-tetra
78,1	15,3	6,6	st	st	st

Dopracování reakční směsi při poměru 1,5:1 po sulfonaci až do stadia H-kyseliny poskytlo výtěžek 46,7 % th.

P ř í k l a d 4

Místo monohydrátu se předloží část reakční směsi z předchozí operace podobně jako v příkladu č. 2. Výtěžek a složení shodné s příkladem č. 3.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob přípravy naftalen 1,3,6-trisulfonové kyseliny monosulfonací naftalenu při teplotě 80 °C a ohřátím na 145 °C za vzniku naftalen-1-sulfonové kyseliny a naftalen-2-sulfonové kyseliny a následnou trisulfonací vyznačující se tím, že se monosulfonací získaná reakční směs naftalen-1-sulfonové kyseliny a naftalen-2-sulfonové kyseliny, případně ve směsi s oleem, vnáší do předložené 100% kyseliny sírové a případně olea nebo do předložené reakční směsi, získané trisulfonací naftalenu, a olea tak, aby teplota vznikající reakční směsi nepřekročila 60 °C, načež se reakce dokončí přidávkem sulfonačního činidla a vyhřátím na teplotu 155 až 160 °C.