



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

258822

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.⁴

C 07 C 143/30

(22) Přihlášeno 14 07 86

(21) PV 5355-86.M

(40) Zveřejněno 12 03 87

(45) Vydáno 14 04 89

(75)

Autor vynálezu

ADÁMEK MILAN ing. CSc., SCHOLLE STANISLAV ing. CSc., PARDUBICE

(54) Způsob výroby 2-naftalensulfonanu sodného

Způsob výroby 2-naftalensulfonanu sodného sulfonací naftalenu, který se izoluje vysolovacím roztokem tvořeným sodnými solemi anorganických kyselin, filtruje se a promývá promývacím roztokem tvořeným vysolovací solí spočívá v tom, že se promývací roztok po jeho působení na produkt dosytí vysolovací solí na požadovanou koncentraci vysolovacího roztoku a tento upravený roztok se přidává k vysolovacímu roztoku pro izolaci sodné soli 2-naftalensulfonanu.

Vynález se týká způsobu výroby 2-naftalensulfonanu sodného sulfonací naftalenu sulfonačním činidlem, který se izoluje vysolovacím roztokem tvořeným sodnými solemi anorganických kyselin, jako např. chloridem sodným, siřičitanem nebo síranem sodným, filtruje se a promývá promývacím roztokem tvořeným roztokem soli, která byla použita k vysolení.

Způsob izolace organických produktů, které se z vodného roztoku izolují vysolováním, je založen na tom, že přidavek anorganické soli snižuje rozpustnost organické látky ve vodném roztoku a dochází k vyloučení produktu v krystalické formě. Vysolovací roztok obsahuje podle rozpustnosti požadovaný produkt, vedlejší produkty, jako různé izomery, event. výše substituované deriváty. Z tohoto vysolovacího roztoku se vyloučené příměsi izolují a matečný louh se vypouští do odpadu, kde silně znečišťuje vodní toky, případně se z něho mohou izolovat organické složky event. anorganická kyselina, např. kyselina chlorovodíková.

Po izolaci vysolováním se produkt promývá zředěným roztokem anorganické soli, která byla použita k vysolování, např. 8% roztok chloridu sodného. Účelem je omezit rozpouštění produktu, ke kterému však stejně dochází. Dále dochází při promývání k odstraňování zbytku nežádoucích příměsí. Promývací roztok obsahující organické příměsi se vypouští v součastnosti do vodoteče. Dochází jednak ke ztrátě produktu - sodné soli 2-naftalensulfokyseliny - dále sodné soli 1-naftalensulfokyseliny, naftalendisulfokyselin, anorganické soli, velkého množství vody.

Ke značným škodám dochází z ekologického hlediska, tj. ke značnému zvyšování solnosti vody v řece a ke zvýšení BSK-5, což má za následek finanční postih výrobního podniku (úplatu) vodohospodářským orgánem. Tento dosud známý způsob výroby 2-naftalensulfonanu sodného sulfonací naftalenu, který se izoluje vysolovacím roztokem, tvořeným sodnými solemi anorganických kyselin, např. chloridem sodným, síranem sodným, siřičitanem sodným, filtruje se a promývá promývacím roztokem tvořeným roztokem vysolovací soli, zdokonaluje předkládaný vynález. Jeho podstata spočívá v tom, že se promývací roztok po jeho působení na produkt dosytí vysolovací solí na požadovanou koncentraci vysolovacího roztoku a takto upravený roztok se přidává k k vysolovacímu roztoku pro izolaci sodné soli 2-naftalensulfonanu sodného.

Dosycení je možno provést různými způsoby například vedením promývací vody přes nuč nebo jiné zařízení, kde je předložena vysolovací sůl v pevné formě. Dojde k dosycení roztoku, který se přečerpává do nádrže s nasyceným roztokem, určeným pro vysolování. Jinou možností je oddělený promývací roztok čerpat zpět do výroby solanky a přidávat k proudu vody určeného pro výrobu solanky. Jedním z řady dalších praktických řešení by mohlo být použití solné nádrže tlakové, opatřené kyselinovzdornou vrstvou.

Tímto způsobem dochází ke značným úsporám anorganických solí používaných k vysolování, k podstatné úspoře 2-naftalensulfonanu sodného (v 1 000 g 7% roztoku NaCl se rozpouští při 25 °C 4,07 g produktu W. T. Cooke, J. Soc. Chem. Ind. XL, 19, 56 T (1921)), k úsporám sodné soli 1-naftalensulfonové kyseliny a naftalendisulfokyselin, nehledě na značné množství vody.

Velmi důležité jsou i ekologické aspekty, neboť dle navrženého postupu nedochází k odtoku značného množství anorganických solí do vodoteče a nedochází k zatěžování odpadních vod organickými látkami (BSK-5). Přidání promývacího roztoku po jednom promývání 2-naftalensulfonanu sodného po jeho dosycení vysolovací solí k vysolovacímu roztoku nemá negativní vliv na čistotu izolovaného produktu.

Vynález a jeho účinky jsou blíže vysvětleny pomocí dále popsaného příkladu provedení.

P ř í k l a d

Z odměrky se vypustí 2 800 kg roztaveného naftalenu do sulfonačního kotle a vyhřeje se na teplotu 120 až 130 °C. Pak se v průběhu 60 až 90 minut připouští koncentrovaná kyselina sírová 2 400 kg jako 100% H₂SO₄.

Směs se vyhřeje na 160 až 170 °C a udržuje při této teplotě 80 až 100 minut. Po hydrolyze 1-izomeru se uvolněný naftalen odežene a sulfonační směs se přepustí do vysolovací kádě. Během přibližně pěti hodin se za stálého míchání rovnoměrně připouští 5 900 l při normální teplotě nasyceného vodného roztoku chloridu sodného o měrné hmotnosti nejméně 1 180 kg m⁻³ (20 °C). Po 90 minutách se suspenze 2-naftalensulfonanu sodného, ochlazená na teplotu +49 °C, odstředí.

Oddělený matečný roztok o objemu asi 3,5 m³ na 1 000 kg odstředěné sodné soli (jako sušiny) obsahuje v 1 000 ml přibližně 145 g HCl, 21 g H₂SO₄, 104 g Na₂SO₄, 36 g naftalensulfonových kyselin celkem.

Po odstředění matečného roztoku následuje promývání odstředěného naftalensulfonanu sodného vodným roztokem, obsahujícím asi 8 hmot. % NaCl. Roztok o teplotě cca 20 °C se nejprve setká s mokřými krystaly o teplotě asi 45 °C a teploty se vyrovnávají. Rozpouštění sodné soli není rovnoměrné, konečná teplota využitého promývacího roztoku v množství asi 650 až 700 l/t krystalů jako sušiny činí asi 30 °C.

Za těchto podmínek činí rozpustnost 2-naftalensulfonanu sodného asi 8 g soli na 1 000 g H₂O. Nevratná ztráta promýváním krystalů činí asi 0,54 % jejich hmotnosti. Při vysoké ceně zpracovávaného materiálu a ekologické závadnosti odpadní vody je tato ztráta důležitá. Použitá promývací voda se čerpá zpět do aparatury pro rozpouštění chloridu sodného a rozpouštěný podíl 2-naftalensulfonanu sodného se v operaci vysolování beze zbytku vrátí do výrobního cyklu.

P R E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob výroby 2-naftalensulfonanu sodného sulfonací naftalenu, který se izoluje vysolovacím roztokem tvořeným sodnými solemi anorganických kyselin, filtruje se a promývá promývacím roztokem tvořeným vysolovací solí, vyznačující se tím, že se promývací roztok po jeho působení na produkt dosytí vysolovací solí na požadovanou koncentraci vysolovacího roztoku a tento upravený roztok se přidává k vysolovacímu roztoku pro izolaci sodné soli 2-naftalensulfonanu.