



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

214 235

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 01 09 80
(21) PV 5935-80

(51) Int. Cl.³ C 07 C 139/02

(40) Zveřejněno 15 09 81
(45) Vydáno 01 06 84

(75)

Autor vynálezu NERAD ZDENĚK Dr. ing., PARDUBICE

(54) Způsob přípravy 1, 2 - diazonaftol - 4 - sulfokyseliny

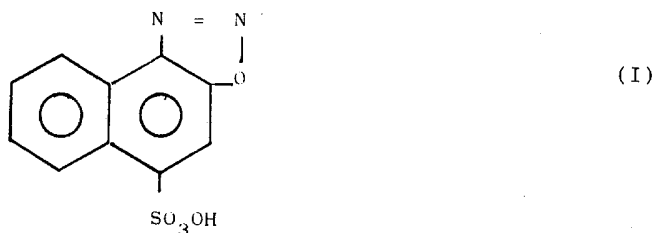
Způsob přípravy 1,2 - diazonaftol - 4 - sulfokyseliny nitrosací 2 - naftolu dusitanem sodným, vytvořením bisulfitové adiční sloučeniny nitroso - 2 - naftolu kyselým siřičitanem sodným, jejím rozkladem s přesmykem na 1 - amino - 2 - naftol - 4 sulfokyselinu a diazotací 1 - amino - 2 - naftol - 4 - sulfokyseliny tak, že se nitrosace 2 - naftolu provádí při teplotě 0 až 5 °C bez předchozího přesrážení 2 - naftolu a bisulfitová adiční sloučenina se podrobí přímo přesmyku bez filtrace.

Vynález se týká přípravy 1,2 - disulfonaftol - 4 - sulfokyseliny zdokonaleným způsobem.

Dosud se 1,2 - diazonaftol - 4 - sulfokyselina připravovala tak, že se po rozpuštění 2 - naftolu v alkalickém louhu přidáním přebytku kyseliny solné získal ze vzniklého naftolátu alkalického zpět 2 - naftol v jemné suspenzi a tento se nitrosoval přidáním roztoku dusitanu sodného při teplotě 5 až 8 °C. Získaný nitroso-naftol se dále rozpouštěl v bisulfitovém louhu a vzniklá adiční bisulfitová sloučenina se klerovala za účelem odstranění pryskyřičných látek a potom se podrobila přesmyku na 1,2 - diazonaftol - 4 - sulfokyselinu.

Nyní bylo zjištěno, že je výhodnější nitraci provést při nižší teplotě, což umožní zvýšení výtěžku 1 - nitroso - 2 - naftolu o 5 až 6 %. Dalším důležitým zjištěním je skutečnost, že 2 - naftol není třeba před nitrosací proti stávající průmyslové praxi přesrážet, čímž dochází ke zkrácení nitrosační operace; po přípravě bisulfitové adiční sloučeniny se vypustí dosud používaná filtrace pryskyřičnatých látek a provede se přesmyk bisulfitové adiční sloučeniny na kyselinu 1 - amino - 2 - naftol - 4 - sulfonovou, přičemž dojde k podstatné úspoře času z 16 hodin na 5 hodin.

Způsob přípravy 1,2 - diazonaftol - 4 - sulfokyseliny vzorce I



nitrosací 2 - naftolu dusitanem sodným, vytvořením bisulfitové adiční sloučeniny nitroso - 2 - naftolu kyselým siřičitanem sodným, jejím rozkladem a přesmykem na 1 - amino - naftol - 4 - sulfokyselinu a diazotací 1 - amino - 2 - naftol - 4 - sulfokyseliny, spočívá podle vynálezu v tom, že se nitrosace 2 - naftolu provádí při teplotě 0 až 5 °C bez předchozího přesrážení 2 - naftolu, bisulfitová adiční sloučenina se podrobí přímo přesmyku na 1 - amino - 2 - naftol - 4 - sulfonovou kyselinu při délce trvání operace 2 až 5 hodin.

Níže uvedený příklad ilustruje provedení podle vynálezu.

Příklad

Do dvoulitrové kádinky, opatřené míchadlem a teploměrem, se odváží 57,8 g 2 - naftolu a rozpustí se v roztoku 40,3 g NaOH 40 % a 443 g H₂O při 35 až 40 °C. Pak se roztok ochladí na 0 °C a přidá se 28,8 g práškovitého NaNO₂. Po rozmíchání se přikape 126,7 g H₂SO₄ 42 % během cca 1 1/4 hodiny při 0 °C. Po přidání veškeré H₂SO₄ reaguje směs kyseliny na kongo - červeně. Po dalším jednodinovém míchání se neutralizuje volná H₂SO₄ přidávkou NaOH 33 % do zmiizení kongo kyselé reakce. Potom se přidá 102,8 g NaHSO₃ ve formě roztoku. Po rozpuštění bisulfitu se teplota upraví přehřátím na 20 °C. Po půlhodinovém míchání se k čirému hnědočervenému roztoku bez filtrace přidá 6,4 g FeSO₄ (jako 30 % roztok). Potom se přidá za míchání 74 g H₂SO₄ (jako 50 % roztok). Po 10 minutách se obsah kádinky rychle vyhřeje na 45 °C. Po dosažení této teploty se kádinka přemístí do termostatu, kde se udržuje po dobu 4 hodin teplota 55 °C. Potom se krystalický podíl oddělí filtrací na Büchnerově nálevce a promyje se 450 ml

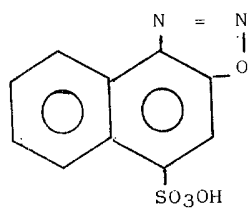
vody. Dále se běžným způsobem provede diazotace dusitanem sodným za vzniku konečného produktu, který se po filtraci a promytí získá ve formě vodné pasty, vhodné bez sušení přímo k dalšímu použití, například k nitraci.

Na připojené tabulce je uvedeno kinetické sledování přesmyku bisulfitové sloučeniny 1 - nitroso - 2 - naftolu na 1 - amino - 2 - naftol - 4 - sulfokyselinu.

Katalyzátor	Teoretický výtěžek přesmyku v % za čas (h)							
	0,5	1	2	3	4	8	16	32
FeSO ₄		50,1	81,0	92,6	93,4	94,4	96,0	94,6

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob přípravy 1,2 - diazonaftol - 4 - sulfokyseliny vzorce I



(I)

nitrosací 2 - naftolu dusitanem sodným, vytvořením bisulfitové adiční sloučeniny nitroso - 2 - naftolu kyselým siřičitanem sodným, jejím rozkladem a přesmykem na 1 - amino - 2 - naftol - 4 - sulfokyselinu a diazotací 1 - amino - 2 - naftol - 4 - sulfokyseliny, vyznačený tím, že se nitrosace 2 - naftolu provádí při teplotě 0 až 5 °C bez předchozího přesrážení 2 - naftolu a bisulfitová adiční sloučenina se podrobí přímo přesmyku na 1 - amino - 2 - naftol - 4 - sulfonovou kyselinu při délce trvání reakce 2 až 5 hodin.