



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

261311

(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴
C 07 C 143/60

(22) Přihlášeno 30 07 87
(21) PV 5699-87.Z

(40) Zveřejněno 15 06 88
(45) Vydáno 15 06 89

(75)

Autor vynálezu

KROUPA JAN RNDr. CSc., ŠARBORT JIŘÍ ing., VALCHA PETR ing.,
ROMAN JAN ing., PARDUBICE

(54) Způsob výroby 2-naftylamin-6,8-disulfonové kyseliny

Způsob výroby 2-naftylamin-6,8-disulfonové kyseliny Buchererovou reakcí tak, že reakci za přítomnosti siřičitanových či disiřičitanových aniontů při teplotě 140 °C až 190 °C se podrobí amonno-draselná sůl 2-naftol-6,8-disulfonové kyseliny, přičemž molární poměr amonno-draselné soli 2-naftol-6,8-disulfonové kyseliny a čpavku činí 1:3 až 9 s výhodou 1:5.

Vynález se týká způsobu výroby 2-naftylamin-6,8-disulfonové kyseliny. Jeho podstata spočívá v reakci amonnodraselné soli 2-naftol-6,8-disulfonové kyseliny s amoniakem za přítomnosti siřičitanových či disiřičitanových iontů.

K výrobě některých aminoderivátů se v naftalenové řadě často užívá tzv. Buchererovy reakce spočívající v reakci příslušného naftolu s amoniakem za přítomnosti siřičitanových či disiřičitanových aniontů. Reakce se provádějí většinou při teplotě 150-180 °C za zvýšeného tlaku v autoklávu.

V případě výroby aminoderivátů aromatických sulfokyselin se při Buchererově reakci nevychází z volných sulfokyselin, nýbrž ze sodných, draselných či amonných solí vznikajících při izolacích příslušných naftolsulfokyselin z produktů sulfonace 1- či 2-naftolu. Při výrobě 2-naftylamin-6,8-disulfonové kyseliny se vychází buď z dvojdraselné soli 2-naftol-6,8-disulfokyseliny nebo ze soli dvojamonné. V případě dvojdraselné soli probíhá Buchererova reakce při 185 °C a tlaku 2,5 MPa po dobu 30 hodin, kdy je dosaženo požadované konverze 96,5 %. Tato dlouhá reakční doba je značně nevýhodná, neboť vyžaduje dodání značného množství energie, snižuje kapacitu výrobního zařízení a zvyšuje opotřebení aparatury na jednotku produkce. Další nevýhodou použití dvojdraselné soli je skutečnost, že výsledný produkt obsahuje určité množství anorganických příměsí vzniklých z anorganických látek, především pak kyseliny sírové, přítomných v pastě dvojdraselné soli 2-naftol-6,8-disulfonové kyseliny.

V případě dvojamonné soli 2-naftol-6,8-disulfokyseliny probíhá Buchererova reakce při 185 °C a tlaku 2,5 MPa po dobu 10 hodin při dosažení konverze 96,5 %. Nevýhodou tohoto postupu je možnost výroby 2-naftylamin-6,8-disulfonové kyseliny znečištěné nežádoucí 2-naftylamin-6-sulfonovou kyselinou (Brennerovou kyselinou) vznikající z 2-naftol-6-sulfonové kyseliny obsažené často v množství 0,2 až 0,5 % v pastě 2-naftol-6,8-disulfokyseliny.

Výzkumem bylo zjištěno, že nevýhody obou uvedených postupů lze odstranit při použití amonnodraselné soli 2-naftol-6,8-disulfonové kyseliny jako výchozí suroviny pro Buchererovu reakci. Způsob dle vynálezu spočívá v tom, že reakci se čpavkem za přítomnosti siřičitanových či disiřičitanových iontů se při teplotě 140 až 195 °C a tlaku 1 až 4 MPa podrobí amonnodraselná sůl 2-naftol-6,8-disulfonové kyseliny, přičemž molární poměr amonnodraselné soli 2-naftol-6,8-disulfonové kyseliny a čpavku činí 1:3 až 9, s výhodou 1:5. Bylo totiž zjištěno, že reakční doba nutná k dosažení konverze 96,5 % je při amonolýze amonnodraselné soli stejná jako při amonolýze soli dvojamonné, tzn. 10 hodin. Získaný produkt neobsahuje oproti produktu na bázi dvojdraselné soli vyšší množství nežádoucí 2-naftylamin-6-sulfonové kyseliny, neboť výchozí dvojdraselná i amonnodraselná sůl 2-naftol-6,8-disulfonové kyseliny obsahují nežádoucí 2-naftol-6-sulfonovou kyselinu v množství do 0,1 %.

V důsledku vyšší čistoty amonnodraselné soli oproti soli dvojdraselné obsahuje výsledná amonnodraselná sůl 2-naftylamin-6,8-disulfonové kyseliny nižší množství nežádoucích anorganických příměsí.

Vyrobenou amonnodraselnou sůl 2-naftyl-6,8-disulfokyseliny lze užít buď přímo nebo po převedení na sůl sodnodraselnou k přípravě důležitých barvářských meziproduktů, např. k výrobě 2-naftylamin-3,6,8-trisulfokyseliny nebo 2-amino-8-hydroxy-6-naftalensulfonové kyseliny.

Postup dle vynálezu lze ilustrovat těmito příklady.

P ř í k l a d 1

Do autoklávu bylo předloženo 1 940 ml 25% čpavkové vody a za míchání byla zanesena 68% pasta amonnodraselné soli 2-naftol-6,8-disulfonové kyseliny obsahující 2 400 g účinné látky. Po přidání 151 g 92% disiřičitanu sodného byl autokláv uzavřen a bylo započato s vyhříváním. Po 1 hodině bylo dosaženo teploty 160 °C, poté byl obsah autoklávu vyhříván rychlostí ohřevu 5 °C za hodinu na teplotu 185 °C, při této teplotě byl obsah autoklávu ponechán rea-

govat po dobu 4 hodin, přičemž tlak dosáhl hodnoty 2,3 MPa. Po této době bylo dosaženo konverze 96,7 %.

P ř í k l a d 2

Do autoklávu byla nasazena vysušená pasta amonnodraselné soli 2-naftol-6,8-disulfokyseliny obsahující 355 g účinné látky. Po přidání 20,3 g 92% disiřičitanu sodného bylo přidáno 425 g vody a autokláv byl uzavřen. Poté bylo přidáno 100 g kapalného čpavku z tlakové láhve. Autokláv byl vyhříván stejně jako v příkladu 1, při 185 °C byl dosažen tlak 2,4 MPa. Po 5 hodinách reakce při 185 °C bylo dosaženo konverze 96,9 %.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob výroby 2-naftylamin-6,8-disulfonové kyseliny Buchererovou reakcí vyznačený tím, že reakci za přítomnosti siřičitanových či disiřičitanových aniontů při teplotě 140 až 190 °C se podrobí amonnodraselná sůl 2-naftol-6,8-disulfonové kyseliny, přičemž molární poměr amonnodraselné soli 2-naftol-6,8-disulfonové kyseliny a čpavku činí 1:3 až 9, s výhodou 1:5.