



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

236 432

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 29 12 83
(21) PV 10181-83

(51) Int. Cl.³
C 07 C 143/60

(40) Zveřejněno 17 09 84
(45) Vydáno 01 06 86

(75)
Autor vynálezu

ŽALOUDEK JOSEF dipl. tech.,
HELLEROVÁ ZDENA, ÚSTÍ NAD LABEM

(54)

Způsob přípravy l-naftylamin-4-sulfonové kyseliny

Cílem vynálezu je nalezení zdravotně nezávadného způsobu výroby l-naftylamin-4-sulfonové kyseliny.

Tohoto cíle se dosáhne postupem, při kterém se směs l-naftol-4-sulfonové kyseliny a l-naftol-2-sulfonové kyseliny aminuje ve vodném prostředí amoniakem v přítomnosti siřičitanu amonného při teplotě 130 až 190° C a tlaku 1,2 až 5 MPa.

236 432

Vynález se týká způsobu přípravy 1-naftylamin-4-sulfonové kyseliny.

Dosavadní průmyslový způsob přípravy 1-naftylamin-4-sulfonové kyseliny spočívá v sulfonaci 1-naftylaminu tak zvaným pečením. Nevýhoda tohoto postupu spočívá především ve zdravotním riziku, které sebou nese zpracování toxického 1-naftylaminu, který vždy obsahuje karcinogenní 2-naftylamin.

Uvedenou nevýhodu odstraňuje způsob přípravy podle vynálezu, který vychází ze směsi 1-naftol-4-sulfonové a 1-naftol-2-sulfonové kyseliny získané buď monosulfonací 1-naftolu, nebo z matečných louhů za izolaci 1-naftol-4-sulfonové kyseliny připravované rovněž monosulfonací 1-naftolu, vyznačený tím, že se tato směs ve vodném prostředí aminuje čpavkem v přítomnosti siřičitanu amonného při teplotě 130 až 190 °C a tlaku 1,2 až 5 MPa, načež se zreagovaná 1-naftylamin-4-sulfonová kyselina izoluje za oddělení čpavku vykyselením a filtrací. Z matečných louhů je možno vysolením získat nezreagovanou 1-naftol-2-sulfonovou kyselinu.

Příprava 1-naftylamin-4-sulfonové kyseliny z odpadních matečných louhů po izolaci 1-naftol-4-sulfonové kyseliny má přirozeně výhody jak ekonomické, tak i ekologické.

Výhodou postupu podle vynálezu ve srovnání s dosud známými postupy je skutečnost, že nevychází ze zdravotně závadných surovin.

Způsobem podle vynálezu lze připravit 1-naftylamin-4-sulfonovou kyselinu v dobré kvalitě s ohledem na to, že reakce je selektivní na 1-naftol-4-sulfonovou kyselinu a přítomná 1-naftol-2-sulfonová kyselina, případně i 1-naftol-2,4-disulfonová kyselina za uvedených podmínek nereagují. Výchozí 1-naftol-4-sulfonová kyselina nesmí však obsahovat nesulfonovaný 1-naftol, který by znečistil vzniklou 1-naftylamin-4-sulfonovou kyselinu 1-naftylaminem.

Příklad 1

Do nerezového autoklávu obsahu 2m^3 se předloží 1 050 g 24% čpavkové vody, potom se přidá

188 g 30% vodného roztoku siřičitanu amonného a

198 g směsi 1-naftolsulfonových kyselin, která obsahuje

45,5 % 1-naftol-4-sulfonové kyseliny a

11,1 % 1-naftol-2-sulfonové kyseliny (molekulová hmotnost 224) ve formě vlhkých a neutrálních solí.

Obsah autoklávu se za míchání udržuje při teplotě 130 až 140 °C po dobu 20 hodin. Tlak v autoklávu je v rozmezí 1,2 až 1,8 MPa. Ze získané reakční hmoty se při teplotě 95 až 98 °C vyvaří nezreagovaný amoniak, přičemž se udržuje konstatní objem přidávkem vody. Při teplotě 80 °C se vodný roztok zbaví nerozpustného zbytku filtrací a čirý filtrát se vlije do směsi

300 g vody a

100 g kyseliny sírové. Vyloučená 1-naftylamin-4-sulfonová kyselina se po odstranění kyseličnicku siřičitého při teplotě 27 °C odfiltruje a promyje studenou vodou do neutrální reakce. Po usušení se získá 90 g suché 97% 1-naftylamin-4-sulfonové kyseliny, což je 97,4 % teorie na 1-naftol-4-sulfonovou kyselinu. Vysolením chloridem sodným je možno z matečných louhů celkem získat 6 G 100% 1-naftol-2-sulfonové kyseliny ve formě sodné soli.

Příklad 2

Do nerezového autoklávu obsahu 2 l se předloží 1000 g 25% čpavkové vody, potom se přidá

200 g vody a

48 g dvojsiřičitanu sodného a

34 g síranu amonného.

Na závěr se dávkuje

211 g směsi vlhkých 1-naftolsulfonových kyselin, které obsahují

46,4 % 1-naftol-4-sulfonové kyseliny a

6,7 % 1-naftol-2-sulfonové kyseliny (molekulová

hmotnost 224) ve formě neutrálních sodných solí.

Obsah autoklávu se udržuje na teplotě 150 až 160 °C po dobu 12ti hodin, přičemž tlak je v rozmezí 2,6 až 3,4 MPa. Potom následuje izolace 1-naftylamin-4-sulfonové kyseliny jako u příkladu 1. Po usušení se získá 97 g suché 98% 1-naftylamin-4-sulfonové kyseliny, což odpovídá výtěžku 96,6 % teorie.

Příklad 3

Do autoklávu se předloží
950 g 25% čpavkové vody, potom se přidá
250 g vody a
48 g dvojsířičitanu sodného a
74 g síranu amonného. Na závěr se dávkuje
197 g směsi vlhkých 1-naftolsulfonových kyselin, která
obsahuje
48,2 % 1-naftol-4-sulfonové kyseliny a
8,6 % 1-naftol-2-sulfonové kyseliny (molekulová
hmotnost 224).

Obsah autoklávu se udržuje na teplotě 175 až 185 °C a tlaku
4,8 MPa po dobu osmi hodin. Potom následuje izolace
1-naftylamin-4-sulfonové kyseliny jako u příkladu 1.
Po usušení se získá 93,1 g suché 98,5% 1-naftylamin-4-sulfo-
nové kyseliny, což odpovídá výtěžku 97% teorie.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

238 432

Způsob přípravy 1-naftylamin-4-sulfonové kyseliny, vyznačený tím, že se směs 1-naftol-4-sulfonové kyseliny a 1-naftol-2-sulfonové kyseliny aminuje ve vodném prostředí amoniakem v přítomnosti siřičitanu amonného při teplotě 130 až 190 °C a tlaku 1,2 až 5 MPa.