



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

208 603

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 19 11 79
(21) PV 7887-79

(51) Int. Cl.³ C 07 C 143/30

(40) Zveřejněno 31 10 80

(45) Vydáno 01 12 83

(75)

Autor vynálezu SOULEK MIROSLAV, RYBITVÍ

KUS JAN ing.

LÁSKA JAN, PARDUBICE

(54) Způsob kontinuální sulfonace naftalenu

1

Vynález se týká kontinuálního způsobu přípravy naftalen-sulfokyseliny sulfonací naftalenu koncentrovanou kyselinou sírovou.

Sulfonace naftalenu se doposud provádí diskontinuálním způsobem, kdy reakční voda destiluje během sulfonace z reaktoru buď za normálního nebo sníženého tlaku, nebo se oddestilovává azeotropicky s přidávaným alifatickým uhlovodíkem.

Byla navržena i řada kontinuálních způsobů sulfonace naftalenu a to buď v horizontálních nebo vertikálních reaktorech.

Nevýhodou dosavadních způsobů sulfonace naftalenu je šaržovitý tak kontinuální je působení vznikající reakční vody, která vyvolává desulfonaci produktu, neboť se pracuje s vysokými hladinami sulfonační směsi a reakční voda zůstává poměrně dlouho ve styku s reakční směsí. V důsledku toho je nutné pracovat s 20 %ním přebytkem kyseliny sírové nebo s dlouhodobou zadrží reakční směsi v sulfonátorech, čímž se snižuje jejich výkon. Použitím alifatických uhlovodíků k azeotropickému oddestilování reakční vody se zvyšují nároky na aparaturní úpravu sulfonační jednotky.

Uvedené nedostatky, které zabraňují využití kontinuálních reaktorů pro sulfonaci naftalenu na maximální výkon jsou odstraněny kontinuálním způsobem sulfonace naftalenu při teplotě 140 až 180 °C ve dvou reaktorech podle tohoto vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že se do prvního reaktoru přivádí pod hladinu míchané sulfonační směsi naftalen a kyselina sírová v poměru 1 mol naftalenu na 0,785 až 0,85 molu kyseliny sírové

při teplotě 140 až 160 °C. Hladina reakční směsi se přepadem udržuje v takové výši, aby poměr výšky reakční kapaliny k průměru reaktoru byl maximálně 1 : 1. Sulfonační směs přepadá do druhého reaktoru, kde je hladina sulfonační směsi udržována na stejné výši jako v prvním reaktoru a kde reakce rovněž za míchání dobíhá při teplotě 160 až 180 °C. Dále pak jde reakční směs do zásobníku, ve kterém při teplotě 150 až 160 °C nastane přesmyk 1-naftalen sulfokyseliny na 2-naftalensulfokyselinu.

Výhoda tohoto způsobu sulfonace spočívá v tom, že se pracuje s nízkou hladinou intenzivně míchané sulfonační směsi, takže vznikající reakční voda rychle oddestilovává a nedochází tak k žádoucí desulfonaci produktu. Zvýší se tak hodinový výkon sulfonátoru, složení sulfonační směsi je výhodnější, neboť se sníží obsah vedlejších látek jako např. disulfokyselin a sulfonů a jsou vyšší výtěžky. Kromě toho dochází i k úspoře kyseliny sírové a energií a místa, neboť není potřeba tak objemného zařízení.

Pro objasnění podstaty vynálezu jsou dále uvedeny příklady provedení:

Příklad 1

Do prvního reaktoru o reakčním objemu 400 ml předloženo 200 g naftalenu a při teplotě $T_1 = C$ nadávkováno 151,5 g kyseliny sírové 95,8 %ní během 5,5 min. Další dávky tj. 400 g roztaveného naftalenu a 303 g kyseliny sírové 95,8 %ní vnášeny kontinuálně během 11 minut. Přepadající sulfosměs v druhém reaktoru udržována na teplotě $T_2 = 180$ °C. Reakční objem ve druhém reaktoru = 200 ml. Odtud odtéká reakční směs do zásobníku, kde je udržována na teplotě 150 až 160 °C. Tímto způsobem získáno 20,04 kg sulfosměsi za 1 h v přepočtu na 1 litr reakčního objemu druhého reaktoru. Vyrobená sulfosměs obsahuje 79,98 % monosulfokyselin, z toho 5,94 % 1-naftalensulfokyseliny a 94,06 % 2-naftalensulfokyseliny a 1,4 % disulfokyselin. Na monosulfokyselinu zreagovalo 85,1 % naftalenu.

Příklad 2

Do stejné aparatury jako u příkladu 1 bylo dávkováno při teplotách $T_1 = 170$ °C, $T_2 = 180$ °C 400 g naftalenu a 288 g kyseliny sírové 95,8 %ní během 10 minut. Získáno 22,4 kg sulfosměsi s obsahem 77,76 % monosulfokyselin, přičemž 2-naftalensulfokyseliny bylo 94,24 % a 1-naftalensulfokyseliny 5,76 % a disulfokyseliny 2,65 %. Na monosulfokyselinu zreagovalo 79,6 % naftalenu.

Příklad 3

Do stejné aparatury jako v příkladu 1 bylo dávkováno při teplotách $T_1 = 170$ °C, $T_2 = 180$ °C 400 g naftalenu a 288 g kyseliny sírové 95,8 %ní za 6,5 minut. Získáno 27,3 kg sulfosměsi za 1 hodinu v přepočtu na 1 litr reakčního objemu druhého reaktoru. Sulfosměs obsahovala 68,94 % monosulfokyselin, z toho 6,13 % 1-naftalensulfokyseliny, 93,87 % 2-naftalensulfokyseliny a 1,09 % disulfokyseliny.

P R Ě D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob kontinuální sulfonace naftalenu při teplotě 140 až 180 °C ve dvou reaktorech, vyznačující se tím, že se do prvního reaktoru přivádí pod hladinu míchané sulfonační směsi naftalen a kyselina sírová v poměru 1 mol naftalenu na 0,785 až 1,085 molu kys. sírové při teplotě 140 až 160 °C, přičemž se hladina reakční směsi přepadem udržuje v takové výši, že poměr výšky reakční kapaliny k průměru reaktoru je maximálně 1 : 1, načež sulfonační

směs přepadá do druhého reaktoru, kde se hladina sulfonační směsi udržuje na stejné výši jako v prvním reaktoru a kde reakce rovněž za míchání dobíhá při teplotě 160 až 180 °C.