



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

256 050

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 12 11 86
(21) PV 8182-86.W

(51) Int. Cl.⁴

C 07 C 39/14

(40) Zveřejněno 16 07 87

(45) Vydáno 01 05 89

(75)

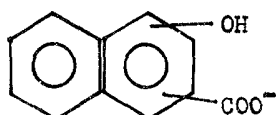
Autor vynálezu

SOBĚSLAV JIŘÍ ing., KRUPKA-MARŠOV,
JESENSKÝ MILOŠ ing., NEŠTĚMICE,
TOUŠ KAREL,
ŽALOUDEK JOSEF dipl. tech., ÚSTÍ NAD LABEM

(54)

Způsob přípravy čistého l-naftolu

Účelem řešení je způsob přípravy
čistého l-naftolu z technického l-naftolu
krystalizací, čehož se dosahuje solubili-
zací technického produktu při teplotě
50 až 100 °C ve vodném disociovaném roz-
toku látky obecného vzorce

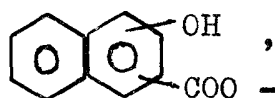


o koncentraci 80 až 250 g l⁻¹, následným
ochlazením vykryštaluje čistý l-naftol,
který se separuje a promyje. Matečný lough
po krystalizaci se použije k následným
krystalizacím.

256 050

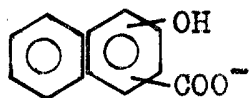
Vynález se týká způsobu přípravy čistého 1-naftolu krystalizačním postupem. Dosavadní způsob čištění technického 1-naftolu krystalizací z organického rozpouštědla nese s sebou technologicky obtížné prvky, jako je filtrace z organického rozpouštědla, jeho regenerace a odstraňování z krystalů taveniny 1-naftolu. Krystalizací technického 1-naftolu z vodného roztoku směsi 1-naftalensulfonanu sodného a draselného lze získat 1-naftol o vysoké koncentraci, avšak s ohledem na ekologicky nepřijatelné odpadající matečné louhy po krystalizaci, je nezbytné tyto likvidovat formou alkalického tavení, čímž narůstá množství 1-naftolu znečištěného vyšším obsahem 2-naftolu.

Nyní bylo zjištěno, že lze vyrobit vysoce čistý 1-naftol z technického produktu způsobem podle vynálezu tak, že se technický produkt při teplotě 50 až 100 °C solubilizuje ve vodném disociovaném roztoku látky obecného vzorce



jejíž koncentrace je v rozmezí 80 až 250 g/l, načež ochlazením vykrystalizuje čistý 1-naftol, který se separuje a promyje. Matečný louh po krystalizaci se použije k následným krystalizacím. Matečný louh po následné krystalizaci se podchladí a vykrystalizovaná směs 1-naftolu a 2-naftolu se oddělí a takto regenerovaný matečný louh se po případném doplnění látky

obecného vzorce



použije k následné krystalizaci.

Tato látka se z promývací vody získá zpět vykyselením a separací. Postup popisovaný v tomto vynálezu má výhody proti dosud známým postupům především ve vyšší výtěžnosti, čistotě a výkonu výrobního zařízení a dále v tom, že v případě regenerace matečných louhů v uzavřeném cyklu nevznikají kapalně odpady znečištěné organickými látkami.

Způsobem podle vynálezu lze získat 1-naftol s obsahem 0,05 až 0,5 % hmot. 2-naftolu a to dle způsobu vedení krystalizace, při průměrném výtěžku 80 až 85 % dle požadované čistoty.

Příklad 1

Do kádinky se předloží 250 ml H_2O , 13 ml 10-N NaOH, 22 ml 10-N roztoku KOH a přidá se 47 g 100% kyseliny 1-hydroxi-2-naftoové. Obsah se za stálého míchání vyhřeje na 75 °C, přidá se 100 g technického 1-naftolu s obsahem 5% 2-naftolu, který se za stálého míchání a zahřívání rozpustí. Po rozpuštění se roztok ochladí a při 32 °C se zfiltruje, promyje vodou a vysuší. Získá se takto 85,2 g čistého 1-naftolu s obsahem 0,1 % hmot. 2-naftolu.

Příklad 2

Do kádinky se předloží 500 ml vody a 55 ml 10-N roztoku NaOH, obsah se vyhřeje na 40 °C a přidá se 100 g kyseliny 2-hydroxi-3-naftoové a po vyhřátí na 50 °C se přidá 100 g technického 1-naftolu s obsahem 5% 2-naftolu a za stálého míchání a vyhřívání se rozpustí. Po ochlazení na 25 °C se vypadlé množství 1-naftolu izoluje filtrací, promyje vodou a vysuší. Získá se takto 82 g čistého 1-naftolu s obsahem 0,1 % hmot. 2-naftolu.

Příklad 3

Do kádinky se předloží 500 ml vody a 65 ml 10-N roztoku NaOH, obsah se vyhřeje na 40 °C a přidá se 80 g kyseliny 2-hyd-

roxi-1-naftoové. Po jejím rozpuštění se za stálého míchání a vyhřívání zaneše 130 g 1-naftolu technického. Po jeho rozpuštění se nechá roztok zvolna chladnout a při teplotě 32 °C se vykrystalovaný 1-naftol izoluje filtrací a po promytí vodou a jeho vysušení se získá 111 g 1-naftolu čistého s obsahem 0,15 % hmot. 2-naftolu.

Příklad 4

Do matečných louhů, odpadajících při filtraci podle příkl. 2, se za stálého vyhřívání a míchání přidá při teplotě 90 °C 100 g technického 1-naftolu. Po jeho rozpuštění se roztok ochladí a vykrystalovaný 1-naftol se při teplotě 32 °C zfiltruje. Po promytí vodou se filtrační koláč vysuší. Do matečných louhů odpadlých při filtraci se přidá za stálého vyhřívání a míchání 100 g 1-naftolu technického s obsahem 5 % hmot. 2-naftolu. Po jeho rozpuštění při teplotě 80 °C se celý obsah ochladí a vykrystalovaný 1-naftol se izoluje filtrací při teplotě 35 °C. Po promytí vodou se filtrační koláč usuší. Vysušený 1-naftol čistý z obou krystalizací se vakuově předestílkuje a získá se 174 g 1-naftolu čistého s obsahem 0,1 % hmot. 2-naftolu.

Příklad 5

Matečné louhy odpadající po filtraci podle příkladu 4, se ochladí na teplotu 20 °C, vzniklé krystaly se odfiltrují a promyjí a po usušení se získá 25 g odpadajícího 1-naftolu s obsahem 45 % hmot. 2-naftolu. Do vzniklých matečných louhů se přidá za neustálého míchání a vyhřívání 3 g kyseliny 2-hydroxi-3-naftoové, 2 ml 10-N roztoku NaOH a 100 g 1-naftolu technického. Po jeho rozpuštění při teplotě 65 °C se roztok ochladí a vykrystalovaný 1-naftol se odfiltruje při teplotě 32 °C, promyje vodou a vysuší. Získá se tak 80 g 1-naftolu čistého s obsahem 0,1 % hmot. 2-naftolu.

Příklad 6

Promývací vody, odpadající podle příkladu 2,4 a 5, se smísí a po jejich ochlazení na teplotu 25 °C a vykyselení na kongo

červeně se uvolněná kyselina 2-hydroxi-3-naftoová zfiltruje. Filtrační koláč, obsahující 3 g 100% kyseliny 2-hydroxi-3-naftoové a 0,5 g naftolu, se zanesse do matečných louhů, odpadajících podle příkladu 5. Do matečných louhů se za stálého míchání a vyhřívání postupně zanesse při teplotě 65 °C 100 g technického 1-naftolu, po jeho rozpuštění se roztok ochladí a vykrystalovaný 1-naftol se zfiltruje při teplotě 32 °C a po jeho promytí vodou a vysušení se získá 82 g 1-naftolu čistého s obsahem 0,3 % hmot. 2-naftolu.

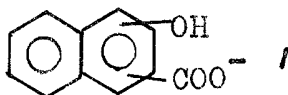
Matečné louhy se vykyselí na pH=6 a ochladí na 0 °C, uvolněná směs 1- a 2-naftolu se po odfiltrování a promytí vodou vysuší. Získá se tak 45 g odpadního 1-naftolu s obsahem 46 % hmot. 2-naftolu.

Matečné louhy po filtraci odpadního 1-naftolu se spojí s promývacími vodami a okyselí na pozitivní reakci na kongo-červeně. Uvolněná kyselina 2-hydroxi-3-naftoová se vyizoluje filtrací a po promytí vodou zpět se získá 101,5 g kyseliny 2-hydroxi-3-naftoové.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

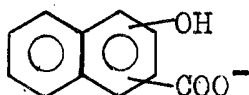
256 050

1. Způsob přípravy čistého 1-naftolu z technického 1-naftolu, vyznačený tím, že se technický produkt při teplotě 50 až 100 °C solubilizuje ve vodném prostředí disociovaného roz-
toku látky obecného vzorce



jejíž koncentrace je v rozmezí 80 až 250 g/l, načež se ochla-
zením vykrystaluje čistý 1-naftol, který se separuje a promy-
je.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že se matečný louh po
krystalizaci použije k následným krystalizacím.
3. Způsob podle bodu 1 a 2, vyznačený tím, že se mateč-
ný louh podchladí a vykrystalovaná směs 1- a 2-naftolu se
oddělí a takto regenerovaný matečný louh se po případném do-
plnění látky obecného vzorce



použije k následné krystalizaci.

4. Způsob podle bodu 1 a nebo 2, vyznačený tím, že se z pro-
mývací vody látka obecného vzorce



získá zpět vykyselením a separací.