



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

265 300

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁴
C 07 C 143/52

(21) PV 4400-88.A

(22) Přihlášeno 23 06 88

(40) Zveřejněno 12 01 89

(45) Vydáno 1.10.1990

VOREL MILAN ing., SLATINANY

(75)

Autor vynálezu

Způsob přípravy kyseliny 5-sulfoisofthalové

(54)

(57) Řešení se týká způsobu přípravy kyseliny 5-sulfoisofthalové sulfonací kyseliny isofthalové dýmavou kyselinou sírovou. Podstata řešení spočívá v tom, že jako katalyzátoru reakce se použije oxidu křemičitého v množství 0,00001 až 0,1 hmotnostního %, s výhodou 0,004 až 0,007 hmotnostního %, vztaženo na celkovou násadu surovin.

Vynález se týká způsobu přípravy kyseliny 5-sulfoisofthalové.

Dosavadní postupy přípravy kyseliny 5-sulfoisofthalové vycházejí z kyseliny isofthalové, která se sulfonuje přebytkem dýmavé kyseliny sírové při teplotách 190 až 200 °C. Po krystalizaci ze silně kyselého prostředí se kyselina 5-sulfoisofthalová izoluje na odstředivce. Připravená kyselina 5-sulfoisofthalová obsahuje 3 až 5 % volné kyseliny sírové a v dalším se podrobí parciální konverzi hydroxidem sodným na svou monosodnou sůl.

Exotermní charakter sulfonace má často za následek i nekontrolovatelné překročení teploty sulfonace. Tím se vytvářejí nepříznivé podmínky pro vznik 5-sulfoisofthalové kyseliny, které vedou ke tvorbě vedlejších látek, například sulfonu.

K potlačení tvorby vedlejších látek a pro urychlení procesu sulfonace byly popsány katalyzátory sulfonace jako rtuť (USP 2 088 956), přidávaná v množství do 0,8 hmotn. %, vztaženo na celkovou násadu surovin nebo síran kademnatý (JAP. pat. přihl. 25670/63), přidávaný v množství do 1,5 % hmot., vztaženo na celkovou násadu surovin. Uvedených katalyzátorů však nebylo v praxi využito, zejména pro jejich toxicitu.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob přípravy kyseliny 5-sulfoisofthalové sulfonací kyseliny isofthalové dýmavou kyselinou sírovou podle vynálezu. Jeho podstata spočívá v tom, že jako katalyzátoru reakce se použije oxidu křemičitého v množství 0,00001 až 0,1 % hmot., s výhodou 0,004 až 0,007 hmot. % hmot., vztaženo na celkovou násadu surovin.

Výhody postupu podle vynálezu spočívají zejména ve zkrácení doby sulfonace kyseliny isofthalové oproti původnímu postupu na 50 % až 20 % původní doby sulfonace. Vynález má prokazatelně příznivý vliv na vznik krystalické formy kyseliny 5-sulfoisofthalové. Po parciální konverzi kyseliny 5-sulfoisofthalové hydroxidem sodným na její monosodnou sůl v další fázi zpracování kyseliny se sníží ztráty při promývání krystalického koláče její monosodné soli.

Dále se sníží pracnost při manipulaci s monosodnou solí, zejména ve fázi sušení. Katalyzátor reakce aktivní oxid křemičitý je zcela netoxický.

Vynález je dokumentován následujícími příklady provedení, jimiž ovšem není vyčerpán ani omezen.

Příklad 1

Do ocelového kotle se předloží 1255 kg dýmavé kyseliny sírové o obsahu 25 % volného oxidu sírového, vnese 300 kg kyseliny isoftalové a přidá 80 g oxidu křemičitého. Reakční směs se vyhřeje na 190 °C a udržuje 1 hodinu při této teplotě. Po samovolném ochlazení na 160 °C za míchání se reakční směs přepustí do smaltovaného kotle, v němž je předloženo 850 l matečných louhů a promývacích vod po izolaci monosodné soli kyseliny 5-sulfoisofthalové. Zřeňovacím teplem vystoupí teplota roztoku na 140 °C; po jeho ochlazení na 25 °C se vyloučená kyselina 5-sulfoisofthalová izoluje na odstředivce.

Výtěžek činí 589 kg 88 %-ní kyseliny 5-sulfoisofthalové, tj. 518,3 kg 100 %-ní látky.

Poznámka. Výtěžek kyseliny 5-sulfoisofthalové je v obou příkladech provedení zvýšen přítomností monosodné soli kyseliny 5-sulfoisofthalové, obsažené v předkládaných matečných loužích a v promývací kapalině, sloužící k ředění reakční směsi po sulfonaci. Monosodná sůl v kyselém prostředí konvertuje na kyselinu 5-sulfoisofthalovou.

Příklad 2

Do ocelového kotle se předloží 1200 kg dýmavé kyseliny sírové s obsahem 22 % volného oxidu sírového a při teplotě 20 °C se přidá 160 ml vodního skla sodného s obsahem 35 % hmot. oxidu křemičitého. Po 15-ti minutovém vymíchání za účelem vysrážení gelu oxidu křemičitého se vnese 315 kg kyseliny isoftalové a reakční směs se vyhřeje na teplotu 185 °C a na této teplotě se udržuje 1,5 h.

Po samovolném ochlazení na 155 °C za míchání se reakční směs odpustí do smaltovaného kotle, v němž je předloženo 895 l matečných louhů a promývací kapaliny po izolaci monosodné soli kyseliny 5-sulfoisofthalové. Zředovacím teplem vystoupí teplota roztoku až na 130 °C. Po ochlazení roztoku na teplotu 25 °C se vyloučená kyselina 5-sulflisofthalová izoluje na odstředivce. Výtěžek kyseliny 5-sulfoisofthalové je 620,5 kg 88 %-ního produktu, tj. 546 kg 100 %-ní látky.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob přípravy kyseliny 5-sulfoisofthalové sulfonací kyseliny isofthalové dýmavou kyselinou sírovou, vyznačený tím, že jako katalyzátoru reakce se použije oxidu křemičitého v množství 0,00001 až 0,1 % hmot., s výhodou 0,004 až 0,007 % hmot., vztaženo na celkovou násadu surovin.