



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

246976

(11) (B1)

(22) Přihlášeno 14 05 85
(21) PV 3439-85

(51) Int. Cl.⁴
C 07 C 143/52

(40) Zveřejněno 17 04 86

(45) Vydáno 15 10 87

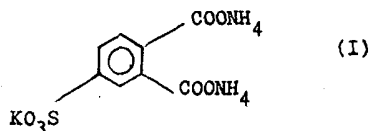
(75)

Autor vynálezu

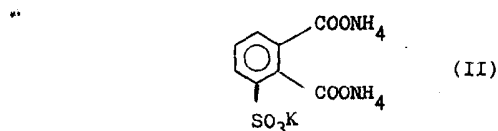
HORYNA JAROSLAV ing., JENÍKOVICE, HOLUB MIROSLAV prom. ped.,
OVČÁRY u Kolína, MACH KAREL, PARDUBICE

(54) Způsob přípravy technických směsí draselnodvojamonných solí kyseliny sulfoftalové

Příprava technických směsí draselno-
dvojamonných solí kyseliny sulfoftalové,
které obsahují 50 až 95 hmot. dílů slou-
čeniny vzorce I



3 až 10 dílů hmot. sloučeniny vzorce II



vodu a případně ještě síran amonný či
draselnoamonný z technických směsí mono-
draselných solí kyseliny sulfoftalové
neutralizací čpavkem do pH 9 ± 1. Vzniklá
směs se může dále zbavit vody. Získané
technické směsi se uplatňují při syntézách
dehtových barviv a při výrobě různých polo-
tovarů.

Vynález se týká způsobu přípravy technických směsí dvojamonných solí sulfoftalové kyseliny z technických směsí monodraselných solí kyseliny 4-sulfoftalové.

Kyseliny sulfoftalové jsou dosud poměrně málo používanými polotovary. Příčinou toho je zřejmě obtížnější dostupnost těchto produktů pro jejich značnou rozpustnost ve vodě i zředěné kyselině sírové, takže jejich racionální izolace z reakčních směsí, například po sulfonaci ftalanhydridu, je proto problematická. Ekonomicky výhodnější je příprava solí kyselin sulfoftalových. Popis vynálezu k čs. autorskému osvědčení č. 169 234 popisuje obecný způsob výroby monodraselných solí, jež lze mechanicky separovat od zředěné zbytkové kyseliny sírové. Uvedený princip byl úspěšně odzkoušen i při přípravě monodraselných solí kyseliny sulfoftalové. U těchto monodraselných solí je draslík poután na sulfoskupinu, zatímco karboxyly obsahují poměrně velmi kyselé protony. Při použití těchto meziproduktů je však v některých případech kyselost karboxylů na závadu.

Předmětem tohoto vynálezu je způsob přípravy technických směsí draselno-dvojamonných solí kyseliny sulfoftalové, obsahujících 50 až 95 hmot. dílů sloučeniny vzorce I



3 až 10 dílů hmot. sloučeniny vzorce II



a 5 až 240 dílů hmot. vody, přičemž směs může dále obsahovat až 30 dílů hmot. sloučeniny MNH_4SO_4 , kde M je vodík nebo draslík, z technické směsi monodraselných solí kyseliny sulfoftalové.

Nový postup spočívá v tom, že se na technické směsi monodraselných solí kyseliny sulfoftalové, obsahující 50 až 85 % hmot. monodraselných solí sulfoftalových kyselin, v nichž je poměr 4- a 3- sulfoizomérů 85 : 15 až 95 : 5,5 až 25 % hmot. sloučenin $M_1M_2SO_4$, kde M_1 a M_2 je vodík nebo draslík, a vodu, působí čpavkem do pH 9 ± 1 a po neutralizaci kyselých center se případně odstraní až 95 % vody odpařením, výhodně v proudě horkých plynů.

Při konstituční analýze produktů, získaných postupem podle vynálezu se zjistilo, že ke všem obsaženým sulfoskupinám je poután výhradně draslíkový kationt, zatímco ke karboxylům výhradně amonium, a to i v případech, kdy se pracuje se značným přebytkem čpavku. Také všechny výrobní alternativy postupu, jako je změna reakční teploty a doby směšování složek, poskytují produkty charakterizované vzorci I a II.

Potřebné monodraselné soli sulfoftalové kyseliny s převažujícím obsahem 4-sulfoizoméru se získají například z reakčních směsí po sulfonaci ftalanhydridu působením anorganických draselných solí. Podle podmínek sulfonace ftalanhydridu kolísá poměr 4- a 3-sulfonizéru v reakční směsi po sulfonaci v rozmezí 75 : 25 až 85 : 15, při separaci monodraselných solí sulfoftalových kyselin podle čs. autorského osvědčení číslo 169 234 se vlivem větší rozpustnosti draselné soli 3-sulfoizoméru ve zředěné kyselině sírové zvýší obsah draselné soli 4-sulfoizoméru v izolovaném produktu, takže poměr 4- a 3-sulfoizoméru se pohybuje v rozmezí 85 : 15 až 90 : 10.

Obsah anorganické kyselosti (H_2SO_4 a $KHSO_4$) v separovaných produktech závisí na krystalické formě monodraselných solí a na účinnosti aplikovaných postupů mechanické separace. Při odstřeďování a promytí produktů se pohybuje od 2 do 25 % hmot. (počítáno jako H_2SO_4), při filtraci na nučích může být až 35 % hmot. v získané pastě.

Krystalizací těchto produktů, například z vody, lze zvýšit obsah 4-sulfoizoméru až na 95 % hmot. a snížit obsah nečistot. Pro výrobu podle vynálezu lze použít i sušené monodraselné soli technické kyseliny 4-sulfoftalové, získané například odstředováním, potom se pohybuje obsah izomerních sulfonanů draselných na hodnotách 75 až 95 % hmot.

Pro výrobu podle vynálezu lze použít zředěné sulfonační směsi, z nichž byla odstraněna převážná část obsažené kyseliny sírové, například vysrážením jako CaSO_4 a sulfoftalové kyseliny byly převedeny na monodraselnou sůl přidávkem anorganických draselných sloučenin v ekvivalentu na obsažené skupiny $-\text{SO}_3\text{H}$.

K neutralizaci karboxylových skupin monodraselných solí sulfoftalových kyselin je vhodný jak plynný čpavek, tak jeho vodné roztoky. Plynným čpavkem lze působit jak na pevné monodraselné soli, tak na jejich vodné roztoky - uváděním do těchto roztoků. Při vedení neutralizace až do pH 9 $\pm$ 1 lze vysrážet a oddělit, například filtrací, případně obsažené ionty železa, vzniklé například korozí výrobního zařízení, a získat alkalické, slabě korozivní roztoky draselnodvojamonných solí sulfoftalových kyselin.

V technické praxi lze použít buď vodné roztoky technické draselnodvojamonné soli 4-sulfoftalové kyseliny nebo se z vodných směsí či past část, případně veškerá voda, odstraní, zpravidla odpařením. Tak lze například roztoky uvedených solí rozptylovat do proudu horkých plynů v zařízeních typu rozprašovacích nebo fluidních sušáren a podobných zařízení, přičemž se v separátoru získá práškovitá forma technické směsi draselnodvojamonných solí kyseliny sulfoftalové.

Získané technické draselnodvojamonné soli sulfoftalové kyseliny se mohou uplatnit při syntézách dehtových barviv nebo při výrobách dalších významnějších produktů nebo polotovarů.

Postup podle vynálezu je blíže objasněn v příkladech provedení.

P ř í k l a d 1

495 kg 81,9% technické monodraselné soli 4-sulfoftalové kyseliny, v níž je poměr sulfoizomerů 4- a 3- 90 : 4 a obsah anorganických kyselin, počítaných jako H_2SO_4 , 19,1 %, se rozpustí v 1 500 l vody. Zakalený roztok vykazuje pH 1,6. Za míchání se po částech přidá celkem 410 l 25% vodného čpavku, konečné pH reakční směsi je 9. Reakční směs se doplní na objem 2 000 l a zfiltruje se. Roztok obsahuje 435 kg draselnodvojamonné soli 3-sulfoizoméru a malé množství síranu draselnodvojamonného.

P ř í k l a d 2

Roztok draselnodvojamonných solí sulfoftalových kyselin, získaný postupem popsaným v příkladě 1, se uvádí do rozprašovací sušárny, v níž teplota vstupních plynů je 180 až 185 °C a na výstupu je 100 až 105 °C. Krystalický práškový produkt, zachycený v cyklonu sušárny, váží 391,2 kg a podíl, který ulpěl na stěnách sušárny, obnáší 85,7 kg. Z 2 000 l roztoku se tedy získá 476,9 kg technické směsi draselnodvojamonných solí sulfoftalové kyseliny s obdobným zastoupením složek jako u příkladu 1 a s obsahem vlhkosti 9,8 %.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

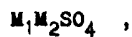
Způsob přípravy technických směsí draselnodvojamonných solí kyseliny sulfoftalové sestávající z 50 až 95 hmot. dílů sloučeniny vzorce I



3 až 10 hmot. dílů sloučeniny vzorce II



a 5 až 240 hmot. dílů vody a případně dále až 30 dílů hmot. sloučeniny MNH_4SO_4 , kde M je vodík nebo draslík, vyznačený tím, že se na technické směsi monodraselných solí kyseliny sulfoftalové obsahující 50 až 85 % hmot. monodraselných solí sulfoftalových kyselin, v nichž je poměr 4- a 3-sulfoizomerů 85 : 15 až 95 : 5, 5 až 25 % hmot. sloučenin vzorce



kde M_1 a M_2 je vodík nebo draslík, a vodu, působí čpavkem do $\text{pH } 9 \pm 1$ a po neutralizaci kyselých center se případně odstraní až 95 % vody odpařením, výhodně v proudě horkých plynů.