

Винахід відноситься до хімічної промисловості-технології основного органічного синтезу, а саме до способу одержання моносulьфокислот нафталіну, які знаходять широке застосування в якості вихідних продуктів для отримання барвників різних класів, термостабілізаторів, поверхнево-активних речовин, фармацевтичних препаратів та інших.

Реакція сульфування нафталіну з отриманням сульфокислот нафталіну вперше була описана в 1819 році [Brande Guart, J. Science 1819, 9, 289], і є однією з перших реакцій, що використовується людством в хімічній промисловості практично без суттєвих змін до наших часів.

В спеціальній літературі описано ряд способів одержання моносulьфокислот нафталіну. Суть їх полягає в тому, що нафталін при певній температурі завантажують на концентровану сірчану кислоту і проводять сульфування до тих пір, поки дозволяє концентрація відпрацьованої сірчаної кислоти. Для підвищення ефективності процесу сульфування через реакційну масу пропускають інертний газ або водяний пар [Othmer, Jakobs, Bushmann, Ind. Eng. Chem., 1943, 35, 326], або проводять сульфування в вакуумі [И.Я. Гришин, А.А. Спрысков, Анил.- крас, пром. 1932, 2, 19.], або використовують водовіднімаючі агенти [Thomas, et al., Ind. Eng. Chem., 1940, 32, 408].

Найбільш близьким до запропонованого способу одержання моносulьфокислот нафталіну є промисловий спосіб сульфування нафталіну до моносulьфокислот [Доналдсон. Химия и технология соединений нафталинового ряда. М, Государственное НТИ Хим. литература, 1963, 139, 141 с.] На сірчану кислоту завантажують нафталін при їх мольному співвідношенні нафталін: сірчана кислота = 1:(1,23-1,85) і температурі 70-165°C. При сульфуванні нафталіну при температурі 70°C в основному утворюється α -сульфо кислота нафталіну з домішкою β -сульфо кислоти нафталіну в кількості до 15%. При сульфуванні нафталіну при температурі 165°C основним продуктом реакції є β -сульфо кислота нафталіну, а як домішка утворюється α -сульфо кислота в кількості до 15%. Технологія виділення моносulьфокислот нафталіну в промисловості добре відпрацьована, вона полягає в гідролізі α -сульфо кислоти нафталіну при отриманні β -сульфо кислоти нафталіну [Каюков И.С. АС СССР 78370,1949], або виділенням реакційної маси на воду і фільтрацією α -сульфо кислоти нафталіну [B. I. O. S. Documents, FDX, 166, Frames, 385-387].

Важко відомої технології сульфування нафталіну до моносulьфокислот є велика кількість сірчаної кислоти, що використовується в реакції (1,23-1,84 молей сірчаної кислоти на 1 моль нафталіну). Це обумовлено тим, що вода, яка виділяється в процесі сульфування, розбавляє сірчану кислоту реакційної маси і при досягненні концентрації 52-56% (при температурах 70-165°C відповідно) подальше сульфування не проходить. Такі концентрації відпрацьованої сірчаної кислоти, при яких не проходить реакція сульфування, носять назву т-сульфування [Guyot, Chimie et Industrie, 1919, 2, 879]. Крім того, відпрацьована сірчана кислота в реакційній масі негативно впливає на якість цільових продуктів.

Метою винаходу є зменшення кількості сірчаної кислоти при одержанні моносulьфокислот нафталіну.

Поставлена мета досягається тим, що сульфування нафталіну проводять концентрованою сірчаною кислотою при температурі 70-165°C і при мольному співвідношенні нафталін : сірчана кислота =1:1. Нами встановлено, що, якщо при цих умовах на нафталін завантажувати сірчану кислоту, то вода, що виділяється, утворює гідрати сульфо кислоти нафталіну і за рахунок цього не розбавляє сірчану кислоту. Для кращого розуміння винаходу наводяться наступні приклади.

Приклад 1.

В скляну колбу, ємністю 500мл. з мішалкою, воронкою для завантаження, прямим холодильником завантажують 128г. нафталіну. Нафталін нагрівають до температури 160-165°C і при цій температурі протягом 30-60 хвилин завантажують 50-55мл. сірчаної кислоти. Сірчану кислоту завантажують до досягнення кислотності реакційної маси 178-185мг. NaOH/ 1г. реакційної маси. В реакційній масі знаходиться β -сульфо кислота нафталіну, вміст домішки α -сульфо кислоти нафталіну становить 10-12%.

Приклад 2.

В скляну колбу, ємністю 500мл. з мішалкою, воронкою для завантаження, прямим холодильником завантажують 128г. нафталіну. Нафталін нагрівають до температури 70-75°C і при цій температурі протягом 30-60 хвилин завантажують 50-55мл. сірчаної кислоти. Сірчану кислоту завантажують до досягнення кислотності реакційної маси 178-185мг. NaOH/ 1г. реакційної маси. В реакційній масі знаходиться α -сульфо кислота нафталіну, вміст домішки β -сульфо кислоти нафталіну становить 10-12%.

Як видно з наведених прикладів, запропонований спосіб одержання моносulьфокислот нафталіну дозволяє проводити сульфування при еквімолекулярних співвідношеннях нафталін-сірчана кислота, при цьому виключається можливість утворення відпрацьованої сірчаної кислоти і забезпечується висока якість моносulьфокислот нафталіну.