



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

257092

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.⁴

C 07 C 39/14

(22) Přihlášeno 02 10 86

(21) PV 7130-86.Y

(40) Zveřejněno 17 09 87

(45) Vydáno 16 01 89

(75)

Autor vynálezu

KONEČNÝ LUBOŠ ing., PARDUBICE

(54) Způsob čištění 1-naftolu

Řešení se týká způsobu čištění 1-naftolu, který slouží jako barvářský polotovar. Podstata spočívá v tom, že se tavenina 1-naftolu ponechá při teplotě 65 až 85 °C po dobu až 8 hodin, pak se vyhřeje na 92 až 95,7 °C, na které se ponechá po dobu až 32 hodin. Odtékající kapalně podíly se jímají a zbývající krystalická hmota 1-naftolu se roztaví vyhřátím na teplotu 98 až 120 °C.

Vynález se týká způsobu čištění 1-naftolu, který je surovinou pro výrobu barvářských polotovarů.

Dosud známým způsobem čištění 1-naftolu je chromatografická separace z benzenického roztoku na kysličníku hlinitém. Dalším dosud známým způsobem čištění 1-naftolu je zpracování směsi 1-naftolu a 2-naftolu zředěným vodným roztokem hydroxidu sodného, filtrace a neutralizace filtrátu, při níž se z roztoku vysráží čistý 1-naftol. Dalším dosud známým způsobem čištění 1-naftolu je sublimace. Dalším dosud známým způsobem čištění 1-naftolu je vakuová destilace. Dalším dosud známým způsobem čištění 1-naftolu ze směsi s 2-naftolem je kontinuální krystalizace z taveniny pomocí krystalizátoru typu Brodie, opatřeného šnekovým ústrojím.

Dalším dosud známým způsobem čištění 1-naftolu znečištěného 2-naftolem je frakční krystalizace z tetrachlormetanu. Dalším dosud známým způsobem čištění 1-naftolu ze směsi s 2-naftolem je krystalizace směsi na chlazené ploše a promývání zatuhlé vrstvy 1-naftolu cirkulujícím turbulentním proudem zbylé taveniny.

Nevýhodou zmíněného postupu čištění 1-naftolu chromatografickou adsorpcí z benzenického roztoku na kysličníku hlinitém je manipulace s hořlavým a karcinogenním rozpouštědlem a nutnost regenerace rozpouštědla. Nevýhodou zmíněného postupu čištění 1-naftolu zpracováním směsi 1-naftolu a 2-naftolu zředěným vodným roztokem alkalického hydroxidu, filtrací a neutralizací filtrátu je konzumace hydroxidu sodného a anorganické kyseliny a tvorba nevyužitelného kapalného odpadu.

Nevýhodou zmíněného postupu čištění 1-naftolu vakuovou destilací je vysoká spotřeba páry a chladicí vody a ztráty na výtěžku v důsledku rozkladu 1-naftolu při vysoké destilační teplotě. Nevýhodou zmíněného postupu čištění 1-naftolu sublimací je nedostatečná selektivita dělení a vysoká spotřeba energií. Nevýhodou zmíněného postupu čištění 1-naftolu kontinuální krystalizací z taveniny pomocí šnekového krystalizátoru typu Brodie jsou vysoké pořizovací náklady a vysoké požadavky na řízení procesu a údržbu zařízení. Nevýhodou zmíněného postupu čištění 1-naftolu frakční krystalizací z tetrachlormetanu je nutnost regenerace rozpouštědla, při níž dochází k jeho rozkladu na kyselinu chlorovodíkovou a fosgen, a nutnost rekuperace rozpouštědla z odplynů.

Nevýhodou zmíněného postupu čištění 1-naftolu krystalizací na chlazené ploše a promáváním zatuhlé vrstvy 1-naftolu cirkulujícím turbulentním proudem zbylé taveniny jsou vysoké pořizovací náklady a vysoké požadavky na řízení procesu.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob čištění 1-naftolu dle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že tavenina surového 1-naftolu se ochladí z teploty 85 °C až 105 °C na teplotu 65 °C až 85 °C, krystalická hmota se ponechá na této teplotě po dobu 0,5 až 8 hodin, pak se vyhřeje na teplotu 92 °C až 95,7 °C, při které se ponechá po dobu 0,5 až 32 hodin, přičemž kapalně podíly odtékající z krystalické hmoty působením gravitace a/nebo tlakového spádu v teplotním rozmezí do 65 °C až 85 °C do 92 °C až 95,7 °C se jímají, načež se zbývající krystalická hmota 1-naftolu roztaví vyhřátím na teplotu 98 °C až 120 °C.

Během a/nebo po ukončení odtoku kapalných podílů je možno krystalickou hmotu promýt benzenem, toluenem, etanolem trichlormetanem nebo tetrachlormetanem.

Způsobem podle vynálezu se postupuje tak že tavenina surového 1-naftolu se ochladí z teploty 85 °C až 105 °C na teplotu 65 °C až 85 °C a při této teplotě se pak ponechá vzniklá krystalická hmota po dobu 0,5 až 8 hodin. Od počátku nebo od konce této teplotní výdrže se počne jímát I. frakce kapalných podílů, vytékajících z krystalické hmoty. Po ukončení teplotní výdrže se krystalická hmota začne rovnoměrnou rychlostí vyhřívat na teplotu 92 °C až 95,7 °C a při této teplotě se pak ponechá v teplotní výdrži po dobu 0,5 až 32 hodin.

První frakce kapalných podílů, vytékajících z krystalické masy, se odebírá až do dosažení teploty 87 °C až 93 °C. Tato frakce obsahuje největší množství nečistot. Druhá frakce kapalných podílů se odebírá po dosažení teploty 92 °C až 95,7 °C a odběr se ukončuje současně s ukončením teplotní výdrže při teplotě 92 °C až 95,7 °C.

Druhá frakce se svým složením přibližuje kvalitě surového 1-naftolu a může být recyklována do rafinačního procesu. Po ukončení teplotní výdrže při teplotě 92 °C až 95,7 °C se zbylý krystalický skelet rafinovaného 1-naftolu roztaví vyhřátím na teplotu 98 °C až 120 °C. Odtok kapalných frakcí ze zpracovávané krystalické hmoty může být urychlen vytvořením nižšího tlaku v předloze, do níž jsou kapalně frakce jímány. Krystalický skelet zpracovávané látky nebo produktu je možno před roztavením promýt benzenem, toluenem, etanolem, trichlormetanem nebo tetrachlormetanem.

Použití krystalizace z taveniny a frakční vypocování pro čištění 1-naftolu umožňuje podstatné snížení energetických nákladů a zvýšení výtěžku v důsledku eliminace termického rozkladu v porovnání s destilací nebo sublimací. Při použití krystalizace z taveniny a frakčního vypocování nejsou produkovány žádné odpadní látky.

Pro bližší objasnění podstaty vynálezu jsou uvedeny příklady provedení, jimiž však není předmět vynálezu vyčerpán ani omezen.

P ř í k l a d 1

Do plášťované skleněné trubice o vnitřním průměru 32 mm a délce 600 mm, vertikálně situované, ve spodní části opatřené sítkem z nerezavějící oceli a pryžovou zátkou, v horní části opatřené teploměrem, programově temperované teplonosným médiem cirkulujícím v plášti, bylo nadávkováno 500 g surového 1-naftolu, obsahujícího 4,21 % hmotnostních 2-naftolu. Surový 1-naftol byl vytemperován na teplotu 95 °C a pak během 7 hodin ochlazen na teplotu 70 °C a na této teplotě udržován po dobu 2 hodin. Pak byla ze spodní části trubice odstraněna pryžová zátka a bylo započato s rovnoměrným výhřevem obsahu vnitřní trubice z teploty 70 °C na teplotu 95 °C, který trval po dobu 20 hodin. Při teplotě 91,5 °C byl ukončen odběr I. frakce a bylo započato s odběrem II. frakce, který byl ukončen při teplotě 92,5 °C. Pak bylo započato s odběrem III. frakce, který trval až do ukončení tříhodinové teplotní výdrže při teplotě 95 °C. Pak byla spodní část trubice uzavřena pryžovou zátkou a zbývající krystalický skelet produktu v trubici byl roztaven vyhřátím na teplotu 103 °C.

Bylo získáno 142,5 g I. frakce o obsahu 12,78 % hmotnostních 2-naftolu, 46 g II. frakce o obsahu 4,50 % hmotnostních 2-naftolu, 105,5 g III. frakce o obsahu 0,73 % hmotnostních 2-naftolu a 206 g produktu o teplotě krystalizace 96 °C a obsahu 100 % hmotnostních 1-naftolu.

P ř í k l a d 2

Do plášťované trubice z nerezavějící oceli o vnitřním průměru 32 mm a délce 600 mm, vertikálně situované, ve spodní části opatřené sítkem z nerezavějící oceli a pryžovou zátkou, v horní části opatřené teploměrem, programově temperované teplonosným médiem cirkulujícím v plášti, bylo nadávkováno 500 g surového 1-naftolu, obsahujícího 4,21 % hmotnostních 2-naftolu. Surový 1-naftol byl vytemperován na teplotu 95 °C a pak během 7 hodin ochlazen na teplotu 70 °C a na této teplotě udržován po dobu 2 hodin. Pak byla ze spodní části trubice odstraněna pryžová zátka a bylo započato s rovnoměrným výhřevem obsahu vnitřní trubice z teploty 70 °C na teplotu 93 °C, který trval po dobu 16 hodin.

Při teplotě 91,5 °C byl ukončen odběr I. frakce, spodní část trubice byla uzavřena pryžovou zátkou a do horní části trubice bylo nalito 55 g toluenu. Po uplynutí 1 hodiny byla ze spodní části trubice odstraněna pryžová zátka a bylo započato s jímáním II. frakce, vytékající z trubice společně s promývacím toluenem. Odběr II. frakce trval až do ukončení sedmihodinové teplotní výdrže při teplotě 93 °C. Pak byla spodní část trubice uzavřena pryžovou zátkou a zbývající krystalický skelet produktu v trubici byl roztaven vyhřátím na teplotu 106 °C.

Bylo získáno 142,5 g I. frakce o obsahu 12,78 % hmotnostních 2-naftolu, 53 g II. frakce (po oddestilování toluenu) o obsahu 4,42 % hmotnostních 2-naftolu a 304,5 g produktu o složení 99,84 % hmotnostních 1-naftolu a 0,16 % hmotnostních 2-naftolu.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob čištění 1-naftolu vyznačený tím, že tavenina surového 1-naftolu se ochladí z teploty 85 °C na teplotu 65 °C až 85 °C, krystalická hmota se ponechá na této teplotě po dobu 0,5 až 8 hodin, pak se vyhřeje na teplotu 92 °C až 95,7 °C, při které se ponechá po dobu 0,5 až 32 hodin, přičemž kapalně podíly odtékající z krystalické hmoty působením gravitace a/nebo tlakového spádu v teplotním rozmezí od 65 °C až 85 °C do 92 °C až 95,7 °C se jímají, načež se zbývající krystalická hmota 1-naftolu roztaví vyhřátím na teplotu 98 °C až 120 °C.

2. Způsob podle bodu 1 vyznačený tím, že se během a/nebo po ukončení odtoku kapalných podílů krystalická hmota promyje benzenem, toluenem, etanolem, trichlormetanem nebo tetra-chlormetanem.