



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

215 747

(11) (B 1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 21 11 80
(21) (PV 7964-80)

(51) Int. Cl.³

C 07 C 63/68
(C 07 C 63/68, 63/16)
// C 09 B 67/50

(40) Zveřejněno 30 06 81
(45) Vydáno 15 08 84

(75)

Autor vynálezu

KROUPA JAROSLAV ing. CSc., ROSICE NAD LABEM

(54)

Způsob chlorace ftalanhydridu

Způsob chlorace ftalanhydridu roztokem chloranu sodného spočívá v tom, že se do reakční směsi automaticky přivádí roztok chloranu sodného v množství závisícím na koncentraci volného chloru v reakční směsi. Tato koncentrace se udržuje na konstantní hodnotě a reakce se ukončuje při dosažení hodnoty pH reakční směsi v oblasti 4,2 až 5,0. Produktem je monosodná sůl kyseliny chlorftalové, která slouží jako důležitá surovina pro výrobu stabilizovaných ftalocyaninových pigmentů alfa modifikace.

Vynález se týká nového způsobu automatického řízení chlorace vodné suspenze ftalanhydridu pomocí roztoku chlornanu sodného. Produktem reakce je monosodná sůl kyseliny chlorftalové.

Chlorací ftalanhydridu vodným roztokem chlornanu je vyráběna technická monosodná sůl kyseliny chlorftalové. Tento produkt slouží jako důležitá surovina pro výrobu stabilizovaných ftalocyaninových pigmentů alfa modifikace. Podle způsobu izolace se jedná o technický produkt obsahující směs monosodné a disodné soli kyseliny 4-chlorftalové s menším množstvím solí 3-chlorftalové a ftalové a produkt obsahuje i menší množství chloridu sodného. Vlastní syntéza je prováděna chlorací vodných roztoků kyseliny ftalové nebo jejich solí plynným chlorem při udržování konstantní hodnoty pH v reakční směsi přidávkem hydroxidů nebo uhličitánů alkalických kovů nebo pomocí tlumicích činidel, jakými jsou například octan nebo fosforečnan sodný. Výhodnější postup, kterým lze tento produkt vyrábět, je postup využívající chlorace roztoku nebo suspenze ftalanhydridu ve vodě pomocí technického roztoku chlornanu alkalického kovu. Postup probíhá ve vodném prostředí při teplotě 40 až 80 °C a provádí se tak, že do suspenze ftalanhydridu ve vodě se za míchání při uvedené teplotě přikapává chlornan v množství do 140 % teorie tak, že rychlost přikapávání je ručně řízena a zhruba stanovena tak, že první třetina množství chlornanu se přidá během první poloviny reakční doby, druhé dvě třetiny v druhé polovině reakční doby. Reakční doba je přitom závislá na způsobu míchání reakční směsi, na velikosti násady a na schopnosti odvádění reakčního odplynu sestávajícího především z chloru, který se uvolňuje z nadbytečného rozkládajícího se chlornanu. Ten je pak absorbován ve vodném roztoku hydroxidu sodného a je využit pro výrobu chlornanového roztoku. Izolace produktu z reakční směsi je prováděna obvyklým způsobem, tj. vyloučený produkt je po úpravě hodnoty pH oddělen filtrací, popřípadě před filtrací a ochlazením reakční směsi ještě vyloučen dalším přidávkem solí do suspenze nebo je reakční směs přímo sušena v rozprašovací nebo fluidní sušárně.

Přestože popsany způsob chlorace chlornanem je proti způsobu, při kterém je k chloraci použito plynného chloru, podstatně jednodušší, má řadu zřejmých nevýhod. Rychlost provedení reakce, a tím i kvalita produktu závisí výhradně na odhadu obsluhy reaktoru. Spotřeba chlornanu při reakci je neúměrně velká a použité absorpční zařízení musí mít natolik velkou kapacitu, aby bylo schopno absorbovat veškeré výrony chloru z reakce, ke kterým při tomto způsobu běžně dochází. Přestože se tedy jedná o relativně jednoduchou výrobu, jsou nároky na kvalitu obsluhy velké a obsluha ani při velké pozornosti nemá možnost optimálního vedení reakce.

Nyní bylo nalezeno, že výrobu monosodné soli kyseliny chlorftalové, spočívající v chloraci vodné suspenze ftalanhydridu roztokem chlornanu sodného, lze provádět jednoduchým způsobem automaticky nebo poloautomaticky, čímž se odstraní veškeré nevýhody této syntézy prováděné násadovým způsobem s ruční obsluhou a dozorem při chloraci. Nalezený způsob spočívá v tom, že se do reakční směsi přivádí automaticky roztok chlornanu sodného v množství záviselém na koncentraci volného chloru v reakční směsi, přičemž tato koncentrace se udržuje na konstantní hodnotě a reakce se ukončuje při dosažení pH reakční směsi v oblasti 4,2 až 5,0. Koncentrace volného chloru v reakční směsi se určuje vně reakční směsi. Velikost této koncen-

trace může být zvolena libovolně, je minimální a vzhledem k tomu jsou minimální i požadavky na absorpční zařízení zapojené na reaktor. Signálem pro ukončení reakce je dosažení předem experimentálně určené hranice hodnoty pH, která se pohybuje v závislosti na množství volného hydroxidu sodného v technickém roztoku chlornanu sodného, který je použit, zhruba v rozmezí 4,2 až 5,0. Během chlorace se totiž pomalu zvyšuje hodnota pH reakční směsi z počáteční hodnoty kolem 2,2 s tím, jak klesá poměr mezi kyselinou ftalovou a monosodnou solí kyseliny chlorftalové.

Uvedený postup automatického řízení chlorace umožní jak snížení spotřeby chlornanu pro reakci, tak i zkrácení reakčního času pro provedení jedné výrobní operace, sníží nároky na obsluhu výrobního zařízení a ekonomické náklady spojené s provozem, popřípadě instalací velkého absorpčního zařízení. Sníží se rovněž riziko spojené s nebezpečím výronu chloru z nedostatečné absorpce. V neposlední řadě stejným způsobem prováděné chlorace využívající automatického řízení jejího průběhu mají vliv i na stálé složení vyráběného produktu, které je důležité pro jeho následující použití v kontinuálně pracujících reaktorech pro výrobu ftalocyaninových pigmentů.

Příklad provedení

Do železného smaltovaného reaktoru o objemu 4 m^3 opatřeného míchadlem se předloží 800 l vody a přidá se 592 kg ftalanhydridu. Vzniklá suspenze se vyhřeje na teplotu 60°C a po vyhřátí se započne s automatickým připouštěním technického roztoku chlornanu sodného. Množství chlornanového roztoku je řízeno regulačním obvodem, sestávajícím z analyzátoru určujícího koncentraci chloru vně reakční směsi, regulátoru a regulačního ventilu a dalšího obvodu, tvořeného prvky pro automatické uzavírání tohoto ventilu při dosažení kritického průtoku chlornanového roztoku. Tento obvod je tvořen pneumaticko-elektrickým signalizátorem uzavírajícím ventil přes pomocné zařízení při poklesu řídicího tlaku vzduchu pneumatického regulačního ventilu na kritickou hodnotu. Kritická koncentrace chloru nad hladinou reakční směsi byla zvolena 500 ppm. Odplyn z reaktoru se vede přes absorpční zařízení s cirkulací hydroxidu sodného s koncentrací $c(\text{NaOH}) = 10 \text{ mol/l}$. Konec reakce znamenající automatické uzavření dávkovacího ventilu je signalizován dosažením hodnoty pH 4,6 v reakční směsi. Dosažení této hodnoty je signalizováno i vizuálně rozsvícením kontrolní žárovky regulačního obvodu. Reakce při spotřebě 1 400 kg chlornanového roztoku je ukončena během 3 hodin. Po skončení dávkování chlornanu se reakční směs vymíchává při této teplotě ještě 30 minut a produkt se izoluje přímo z reakční směsi jejím sušením na rozprašovací sušárně. V jiném případě se reakční směs ochladí na teplotu 10°C po předchozí úpravě hodnoty pH kyselinou chlorovodíkovou na 3,8 a vyloučený produkt se odfiltruje na rotační vakuové nuči. Obsah kyseliny chlorftalové v produktu se pohybuje kolem 80 % hmot. Výtěžek technického produktu po sušení je kolem 780 kg.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob chlorace ftalanhydridu roztokem chlornanu sodného, vyznačený tím, že se do reakční směsi automaticky přivádí roztok chlornanu sodného v množství závislejícím na koncentraci

volného chloru v reakční směsi, přičemž tato koncentrace se udržuje na konstantní hodnotě a reakce se ukončuje při dosažení hodnoty pH reakční směsi v oblasti 4,2 až 5,0.