



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

58443

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 03.VI.1966 (P 114 820)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 30.X.1969

Kl. 12 o, 3/01

MKP C 07 c

79/14

UKD

Twórca wynalazku: Piotr Zieliński

Właściciel patentu: Zakłady Chemiczne „Sarżyna”, Sarżyna (Polska)

Sposób oczyszczania technicznego alfanitronaftalenu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób oczyszczania technicznego alfanitronaftalenu otrzymywanego przez nitrowanie naftalenu kwasem azotowym w obecności kwasu siarkowego i odmytego roztworem węgla sodowego i wodą.

Alfanitronaftalen jest podstawowym surowcem do otrzymywania alfa-naftyloaminy bardzo ważnego półproduktu do syntezy barwników. Ostatnio zapotrzebowanie na alfa-naftyloaminę stale wzrasta, ze względu na stosowanie jej jako półproduktu do otrzymywania alfa-naftolu stanowiącego produkt wyjściowy wytwarzania środków ochrony roślin.

Techniczny alfanitronaftalen zawiera 3 — 5% betanitronaftalenu i 6 — 10% innych produktów powstałych w wyniku reakcji ubocznych jak dwunitronaftol, kwasy nitroftalowe i nitrobenzoesowe (powstałe wskutek dekarboksylacji kwasów ftalowych). Zanieczyszczenia te utrudniają przebieg procesu redukcji, alfanitronaftalenu do alfa-naftyloaminy i nie pozwalają na otrzymanie alfa-naftyloaminy o odpowiedniej czystości.

Znane są sposoby oczyszczania surowego alfanitronaftalenu przez krystalizację z rozpuszczalników zwłaszcza solwentnafty, przez krystalizację na taczach z następnym rozdrobnieniem i odwirowaniem lub przez krystalizację emulsyjną z wody. Sposoby te są bardzo procochłonne, mało ekonomiczne, nie zapewniają bezpiecznych warunków pracy i pożądanej jakości produktu końcowego. Ponadto ilość betanitronaftalenu w alfanitronaftalenie oczyszcz-

2

nym według znanych metod waha się w granicach 2 — 4%. Niektóre ze znanych metod jak np. krystalizacja emulsyjna wymagają dużych ilości gorącej wody do przemywania wykrystalizowanego produktu co znacznie podnosi koszty związane z ogrzewaniem wody oraz oczyszczaniem dużych ilości uciążliwych ścieków powstałych przy tej operacji.

Stwierdzono, że alfanitronaftalen o wysokim i niespotykanym dotychczas stopniu czystości, posiadający temperaturę krzepnięcia w granicach 55 — 56°C oraz zawartość szkodliwego betanitronaftalenu w granicach 0,2 — 1% można otrzymać, jeżeli wykrystalizuje się go przy zachowaniu ściśle określanych warunków bezpośrednio ze stopionego alfanitronaftalenu.

Sposobem według wynalazku techniczny alfanitronaftalen stapia się i ogrzewa do temperatury 56°C, a następnie powoli schładza z szybkością umożliwiającą tworzenie się dużych kryształów czystego alfanitronaftalenu. Według wynalazku alfanitronaftalen chłodzi się najpierw do temperatury 46°C z szybkością około 1°C na godzinę, przy czym następuje tworzenie się dużych kryształów czystego alfanitronaftalenu, a następnie do temperatury 16°C z szybkością około 2°C na godzinę.

W warunkach tych nie krystalizuje betanitronaftalen jak i inne zanieczyszczenia będące produktami reakcji ubocznych. Zanieczyszczenia te pozostają w fazie ciekłej o temperaturze krzepnięcia od

—7°C do 15°C i dają się bez odwirowania oddzielić przez zastosowanie spływu grawitacyjnego. Zanieczyszczenia pozostałe na powierzchni kryształów alfanitronaftalenu usuwa się przez powolne ogrzewanie masy krystalizacyjnej do temperatury 55°C z szybkością około 1°C na godzinę. W warunkach tych reszta zanieczyszczeń topi się i na drodze spływu grawitacyjnego zostaje usunięta z powierzchni kryształów alfanitronaftalenu łącznie z niewielką ilością alfanitronaftalenu i jest zawracana do następnej szarży technicznego alfanitronaftalenu.

Otrzymane czyste kryształy alfanitronaftalenu o temperaturze krzepnięcia 55°C — 56°C zawierają najwyżej 0,2 — 1% betanitronaftalenu.

Przykład: 100 kg stopionego technicznego alfanitronaftalenu ogrzewa się w krystalizatorze do temperatury 56°C, a następnie schładza powoli do temperatury 46°C z szybkością około 1°C na godzinę. W tym czasie następuje tworzenie się dużych kryształów czystego alfanitronaftalenu. Następnie masę schładza się dalej z szybkością około 2°C na godzinę aż do momentu gdy zawartość w krystalizatorze osiągnie temperaturę 16°C. Niekrystalizowaną pozostałość w ilości 15 kg przez spływ grawitacyjny oddziela się i odrzuca, a krystalizowaną masę ogrzewa się następnie do temperatury 55°C.

W temperaturze tej ściekają z powierzchni kryształów pozostałe zanieczyszczenia łącznie z niewielką ilością alfanitronaftalenu, które oddziela się przez spływ grawitacyjny i zawraca do następnej szarży technicznego alfanitronaftalenu.

W krystalizatorze pozostaje oczyszczony alfanitronaftalen w ilości 70 kg o temperaturze 55,6°C zawierający 0,5% betanitronaftalenu.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób oczyszczania technicznego alfanitronaftalenu otrzymanego przez nitrowanie naftalenu kwasem azotowym w obecności kwasu siarkowego i odmytego roztworem węgla sodowego i wodą, **znamienny tym**, że stopiony techniczny alfanitronaftalen ogrzewa się do temperatury 56°C i następnie schładza, najpierw do temperatury 46°C z szybkością około 1°C na godzinę, a następnie do temperatury 16°C z szybkością około 2°C na godzinę i oddziela ciekłą pozostałość od krystalizatu, który ogrzewa się do temperatury nie wyższej niż 55°C, w których to warunkach zanieczyszczenia pozostałe jeszcze na powierzchni kryształów topią się i na drodze spływu grawitacyjnego zostają usunięte z oczyszczonego alfanitronaftalenu.