

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

255665

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.⁴

C 09 B 29/036

(22) Přihlášeno 09 04 86

(21) PV 2571-86.D

(40) Zveřejněno 16 07 87

(45) Vydáno 15 12 88

(75)

Autor vynálezu

VESELÝ MILOSLAV ing., POLÁČKOVÁ ELIŠKA ing., HAVEL MIROSLAV ing.,
JANEČEK MIROSLAV ing. CSc., PARDUBICE

(54) Způsob krystalizace tartrazinu

Způsob krystalizace tartrazinu z vod-
ného roztoku chloridu sodného, jehož
množství přidávané do reakční směsi před
krystalizací se upravuje v závislosti
na koncentraci barviva.

Vynález se týká krystalizace tartrazinu z vodného roztoku chloridu sodného za vzniku dobře filtrovatelné suspenze.

Běžně vyráběný tartrazin, tj. barvivo vzniklé azokopulační reakcí diazotované kyseliny sulfanilové s 1-(4'-sulfofenyl)-5-pyrazolon-3-karboxylovou kyselinou, se z reakční směsi izoluje krystalizací za případného přídavku anorganické soli, nejčastěji chloridu sodného. Vyloučený produkt se obvykle filtruje a bez dalších úprav suší. Po nastavení zvolené koncentrace se pak používá pro barvení textilních vláken, usní, dřeva apod. Pro tyto účely běžně vyráběný tartrazin vyhovuje. Pokud je však určen např. pro barvení potravin či léčiv, jsou požadavky na jeho koncentraci a čistotu mnohem vyšší. Použitím technicky náročnějších filtračních zařízení lze sice získat koláč barviva s relativně vyšším obsahem sušiny a tím i poněkud čistší, než např. při použití běžného kalolisu, v případě zpracovávání běžně získávané krystalické formy tartrazinu však efekt většinou neodpovídá požadavkům a filtrační koláč barviva není vhodný ani k promývání nasyceným roztokem téhož barviva podle autorského osvědčení 253803.

Nyní bylo zjištěno, že tartrazin relativně vysoké koncentrace a čistoty lze získat separací vhodné krystalické formy barviva připravené způsobem krystalizace tartrazinu z vodného roztoku chloridu sodného, který je předmětem tohoto vynálezu a jehož podstata spočívá v tom, že množství chloridu sodného, přidávaného do reakční směsi před krystalizací, se upravuje v závislosti na koncentraci barviva v této směsi. V oblasti koncentrací 0,23 až 0,13 mol.l⁻¹ se množství chloridu sodného upravuje na výslednou koncentraci 14 až 22 % hm., přičemž snížením koncentrace barviva o 0,01 mol.l⁻¹ pod koncentrací 0,23 mol.l⁻¹ se zvýší výsledná koncentrace chloridu sodného o 0,5 až 0,8 % hm.

Pokud se v udaném rozmezí koncentrací dodrží předepsaný poměr množství chloridu sodného a barviva, získá se tartrazin v dobře filtrovatelné formě a koláč barviva vzniklý po filtraci či odstředění vykazuje vysoký obsah sušiny a snadno se promývá. Při uvedeném poměru soli a barviva se totiž tartrazin z roztoku začíná vylučovat v teplotním rozmezí 40 až 50 °C, podmiňujícím vznik vhodné krystalické formy produktu.

Postup podle vynálezu je v dalším textu blíže osvětlen příklady, které však nikterak předmět vynálezu nevymezují ani neomezuji. Níže uvedené příklady představují rovněž pouze některé základní varianty vhodné k provádění navrženého způsobu. Vztah mezi objemovými a hmotnostními díly odpovídá vztahu litr - kilogram.

P ř í k l a d 1

97 hm. d. kyseliny sulfanilové se rozpustí přídavkem 56 obj. d. roztoku hydroxidu sodného ($C_{\text{NaOH}} = 10 \text{ mol.l}^{-1}$) ve 470 obj. d. vody. K takto připravenému roztoku se přidá 149 obj. d. kyseliny chlorovodíkové ($C_{\text{HCl}} = 9 \text{ mol.l}^{-1}$) a za současného chlazení při teplotě 20 °C 112 obj. d. roztoku dusitanu sodného ($C_{\text{NaNO}_2} = 5 \text{ mol.l}^{-1}$). Vzniklá suspenze diazolatky se napustí k roztoku připravenému ze 162 hm. d. 1²-(4'-sulfofenyl)-5-pyrazolon-3-karboxylové kyseliny, 97 obj. d. hydroxidu sodného výše uvedené koncentrace a 350 obj. d. vody. V průběhu azokopulace se pH reakční směsi udržuje na hodnotě 6 až 7 postupným přípouštěním cca 40 obj. d. roztoku hydroxidu sodného. Po ukončení reakce se kopulační směs zředí 1 500 obj. d. vody, tj. tak, aby výsledná koncentrace barviva činila 0,19 mol.l⁻¹. Vzniklá směs se vyhřeje na 80 °C a přidá se 550 hm. d. chloridu sodného, celkové množství chloridu sodného v reakční směsi pak odpovídá 17 % hm. Po ochlazení krystalizační směsi na 20 až 30 °C se barvivo z roztoku vyloučí v dobře filtrující formě.

P ř í k l a d 2

Kopulační směs připravená postupem uvedeným v příkladě 1 se zředí 2 000 obj. d. vody, vyhřeje na 90 °C a po přídavku 1 030 hm. d. chloridu sodného a 10 hm. d. křemelinu se při teplotě 80 °C zfiltruje. Filtrát se dále zředí 850 obj. d. vody použité k promytí filtračního

zařízení. Získaný roztok barviva o koncentraci cca $0,13 \text{ mol.l}^{-1}$, obsahující 20 % hm. chloridu sodného, se ochladí na 20 až 30 °C. Tetrazin se z roztoku vyloučí v dobře filtrovatelné formě.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob krystalizace tartrazinu z vodného roztoku chloridu sodného vyznačený tím, že množství chloridu sodného, přidávaného do reakční směsi před krystalizací, se upravuje v závislosti na koncentraci barviva v této směsi tak, že v oblasti koncentrací barviva $0,23$ až $0,13 \text{ mol.l}^{-1}$ se množství chloridu sodného upravuje na výslednou koncentraci 14 až 22 % hm., přičemž snížením koncentrace barviva o $0,01 \text{ mol.l}^{-1}$ pod koncentraci $0,23 \text{ mol.l}^{-1}$ se zvýší výsledná koncentrace chloridu sodného o 0,5 až 0,8 % hm.