

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(22) Přihlášeno 18 03 80
(21) (PV 1844-80)

(40) Zveřejněno 31 07 81

(45) Vydáno 16 05 83

211874

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.³
C 07 C 63/68,
C 07 C 63/20,
C 09 B 47/04

[75]

Autor vynálezu

KROUPA JAROSLAV ing. CSc., REJLEK ANTONÍN ing., PARDUBICE

(54) Způsob přípravy technické monosodné soli kyseliny 4-chlorftalové

Způsob přípravy technické monosodné soli kyseliny 4-chlorftalové, přičemž se využívá odpadních filtrátů z předchozího výrobního cyklu tak, že se suspenze ftalanhydridu ve filtrátech chlo-

ruje při teplotě 40 až 80 °C roztokem chlornanu sodného ve vodě a po ochlazení reakční směsi na teplotu 5 až 20 °C se produkt izoluje filtrací.

Vynález se týká způsobu přípravy technické monosodné soli kyseliny 4-chlorftalové, která obsahuje jako vedlejší látky hydrogenftalan sodný a monosodné soli dichlorftalových kyselin.

Technický produkt připravený způsobem podle vynálezu, který obsahuje 50 až 80 % hm. monosodné soli kyseliny 4-chlorftalové vedle menších množství hydrogenftalanu sodného a sodných solí kyselin dichlorftalových a dále až 25 % hm. chloridu sodného, je používán ve směsi s ftalanhydridem, chloridem mědným a dalšími komponentami k syntéze stabilizovaných ftalocyaninových pigmentů.

Stabilizace alfa modifikace ftalocyaninu mědi je prováděna tak, že část ftalanhydridu při syntéze této sloučeniny je nahrazena monosodnou solí kyseliny 4-chlorftalové nebo samotnou kyselinou 4-chlorftalovou, která se pak stane součástí ftalocyaninového skeletu. Syntéza kyseliny 4-chlorftalové nebo její monosodné soli se provádí chlorací vodných roztoků kyseliny ftalové nebo jejích solí plyným chlórem při udržování konstantní hodnoty pH v reakční směsi přídavkem hydroxidů alkalických kovů nebo uhlíkatů, nebo pomocí tlumicích činidel, jakým je například octan nebo fosforečnan sodný. Izolace produktu z reakční směsi je prováděna buď vysolením nebo lépe vysrážením získané 4-chlorftalové kyseliny pomocí chloridu vápenatého ve formě vápenaté soli, která je pak přídavkem kyseliny sírové nebo síranu sodného převedena na volnou kyselinu 4-chlorftalovou nebo její monosodnou sůl. Podobně je popsána i chlorace pomocí kyseliny chlorné nebo její soli s alkalickým kovem, nebo pomocí chlornanu vápenatého. Izolace produktu je v těchto případech prováděna stejným způsobem. Poněvadž rozpustnost takto vyrobené monosodné soli kyseliny 4-chlorftalové je poměrně velmi vysoká, odchází téměř 20 % hm. (podle teploty a složení) vyrobeného produktu do odpadních filtrátů obsahujících navíc chlorid sodný a další izomerní kyseliny nebo jejich soli. Poněvadž filtráty v této formě se nedají zpracovávat na využitelný produkt žádným ekonomicky únosným způsobem, ztrácí se část produktu takto bez užítu a navíc stoupají náklady na další biologické čištění těchto odpadních vod.

Způsobem podle vynálezu lze technickou monosodnou sůl kyseliny 4-chlorftalové připravit tak, že se 20 až 50 % hm. suspenze ftalanhydridu v odpadních filtrátech z předchozí výroby monosodné soli kyseliny 4-chlorftalové chloruje při teplotě 40 až 80 °C vodným roztokem chlornanu sodného o koncentraci 130 až 180 gramu chlornanu sodného/l v množství 100 až 150 % teorie, počítáno na obsah ftalanhydridu, a po ochlazení reakční směsi na teplotu 5 až 20 °C se produkt izoluje filtrací.

Lze tak nejen získat produkt vhodný pro další využití při syntéze ftalocyaninových pigmentů, ale navíc využít větší části původně odpadající kyseliny 4-chlorftalové a ftalové a jejích solí ve formě filtrátu a snížit celkové množství odpad-

ních filtrátů o polovinu. Tímto způsobem se tedy nejen zvýší využití ftalanhydridu při vlastní reakci a stoupne tedy celkový výtěžek reakce, ale sníží se i náklady na čištění odpadních vod.

Vlastní provedení tohoto způsobu spočívá v tom, že ftalanhydrid je za míchání suspendován do předložených odpadních filtrátů vzniklých při předchozí výrobní operaci při teplotě 40 až 80 °C a vzniká suspenze chlorovaná přídavkem vodného roztoku chlornanu sodného v množství 100 až 150 % teorie (počítáno na obsah ftalanhydridu) tak, že první třetina množství chlornanu je přidána během první poloviny reakční doby, druhé dvě třetiny v druhé polovině reakční doby. Tento postup však není závazný, neboť způsob dávkování a reakční doba vyplývá a je závislá na způsobu míchání reakční směsi, na velikosti násady a na schopnosti odvádět reakční odplyn sestávající převážně z chlóru uvolňujícího se při rozkladu chlornanového roztoku v reakční směsi. Tento chlór může být využit k výrobě chlornanového roztoku po absorpci chlóru ve vodném roztoku hydroxidu sodného.

Pro chloraci je nutné použít chlornatanového roztoku o minimální koncentraci 130 g chlornanu sodného v litru, při nižších koncentracích proběhne chlorace jen z malé části. Při chloraci se dosáhne rovnovážných složení po provedení asi kolem 7 po sobě následujících operací. Lze doporučit v této době přerušit cyklus s tím, že do další operace je nasazena čistá voda a cyklus se opakuje. Je to především z důvodu hromadění barevných zplodin v produktu, jejichž koncentrace je sice malá, ale zhoršuje celkový vzhled produktu.

Izolaci technické monosodné soli kyseliny 4-chlorftalové z reakční směsi lze provést ochlazením na teplotu 5 až 20 °C, popřípadě ještě před ochlazením provést úpravu hodnoty pH reakční směsi přídavkem kyseliny chlorovodíkové nebo sírové na hodnotu 3,6 až 4,0. Praktickými pokusy bylo však zjištěno, že při použití dostatečně koncentrovaného roztoku chlornanu sodného s malým asi 5% nadbytkem hydroxidu sodného tak, jak je tento roztok komerčně vyráběn, je po ukončení reakce hodnota pH reakční směsi prakticky vždy v těchto mezích a není ji třeba již dále upravovat. Po ochlazení vyloučený produkt je izolován filtrací a sušen běžným způsobem. Odpadní filtrát je použit z větší části pro následující výrobní operaci podle tohoto způsobu.

Příklad provedení

Do smaltovaného duplikátorového kotle bylo předloženo 120 kg filtrátů z předchozí výrobní operace monosodné soli kyseliny 4-chlorftalové a do nich za míchání přidáno 54,5 kg ftalanhydridu. Směs byla vyhřáta na 60 °C a po vyhřátí bylo během 4 hodin připuštěno 280 kg vodného roztoku chlornanu sodného o koncentraci 155 g NaOCl/l. Připuštění bylo prováděno tak, že první třetina množství chlornanu byla přidána

během prvních dvou hodin, poté byla rychlost přípouštění zvýšena. Po vnesení veškerého množství chlornanu byla reakční směs míchána ještě 1 hodinu při teplotě 60 °C, pak byla ochlazená postupně vodou na 25 °C a poté solankou na teplotu 10 °C a vyloučený produkt byl bez úpravy hodnoty pH odfiltrován na nuči. Bylo získáno 195 kg vlhké pasty technické monosodné soli kyseliny 4-chlorftalové, ze které se po sušení na fluidní sušárně získalo 90 kg produktu

ve formě téměř bílého prášku. Bylo získáno dále 235 kg odpadních filtrátů, jejichž část byla opět použita pro provedení další operace.

Takto získaný technický produkt obsahoval 63 % hm. monosodné soli kyseliny 4-chlorftalové, 20 % hm. hydrogenftalanu sodného a 17 % hm. chloridu sodného a byl bez úprav použit pro kontinuální výrobu ftalocyaninového pigmentu.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy technické monosodné soli kyseliny 4-chlorftalové, vyznačený tím, že 20 až 50 % hm. suspenze ftalanhydridu v odpadních filtrátech z předchozí výroby monosodné soli kyseliny 4-chlorftalové se chloruje při teplotě 40

až 80 °C vodným roztokem chlornanu sodného o koncentraci 130 až 160 g NaOCl/l v množství 100 až 150 % teorie, počítáno na obsah ftalanhydridu, a po ochlazení reakční směsi na teplotu 5 až 20 °C se produkt izoluje filtrací.