

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA

(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU 199444

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 05.06.78
(21) (PV 3610 - 78)

(51) Int. Cl.²

C 07 B 5/00

(40) Zveřejněno 31.10.79
(45) Vydáno 31.01.83

(75)
Autor vynálezu

V a c e k Ján ing.,
L o j k a Jaromír ing.,
N o v á č e k Libor RNDr. PhMr.,
B o h u m í n s k ý Ladislav,
P e t r o v i č o v á Anna, Brno,
T o m a n e c Jaromír ing. a
S á d l o Luboš ing., Pardubice

(54)

ZPŮSOB ODVODNĚNÍ BENZOFURAZAN-1-OXIDU

Vynález se týká způsobu odvodnění benzofurazan-1-oxidu. Benzofurazan-1-oxid je meziproduktem při výrobě neantibiotického růstového stimulatoru 3-(2-chinoxalinylnymetylen-1, 4-dioxid) metylkarbazátu. Benzofurazan-1-oxid se připravuje oxidací o-nitroanilinu roztokem chlornanu sodného ve vodné suspenzi, nebo oxidací ve vodně-alkoholickém roztoku. V další výrobě se však požaduje bezvodý produkt. Vzhledem k výbušným vlastnostem benzofurazan-1-oxidu naráží přímé sušení vlhkého produktu na značné problémy a je nutno volit jiný způsob odvodnění, například azeotropní oddestilování vody za použití etanolu nebo rozpuštění v benzenu za oddělení vodné fáze a následném azeotropickém oddestilování benzenu s etanolem apod. Tyto postupy jsou značně pracné a nákladné na spotřebu rozpustidel a energie. Pouhá filtrace nebo odstředění a následné promytí rozpustidlem, které je v další fázi reakčním prostředím, nepřichází z důvodů značné rozpustnosti rovněž v úvahu (rozpustnost v etanolu 6,2 g/100 ml). Uvedené nevýhody odstraňuje způsob odvodnění benzofurazan-1-oxidu podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že suspenze benzofurazan-1-oxidu a promývací vody se napouští do jedné nebo několika filtračních kolon a po odfiltrování matečné kapaliny a promývací vody se voda nebo voda s hydrofilním rozpustidlem vytěsni etanolem nebo etanolem nasyceným benzofurazan-1-oxidem, přičemž výška koláč je alespoň dvojnásobná proti jeho průměru a průtok kapaliny je veden tak, aby bylo dosaženo pístového toku.

Navrženým způsobem se dosáhne odvodnění bezofurazan-1-oxidu s minimálními náklady a téměř bez ztrát na produktu. Rozhraní mezi vodnou a alkoholickou fází je v důsledku vysráženého benzofurazan-1-oxidu vizuálně velmi rozdílné a lze buď ručně, nebo automaticky tuto vodnoalkoholickou mezifázi spolehlivě oddělit. Množství této mezifáze je malé a obsahuje asi 1 % rozpuštěného benzofurazan-1-oxidu na násadu. Přidáním této mezifáze k další šarži nedojde prakticky k žádné ztrátě produktu. Stupeň odvodnění je velmi vysoký a obsah vody je prakticky závislý na množství vody v použitém etanolu.

Postup podle vynálezu spočívá na vytěsnění vody, nebo roztoku vody a hydrofilního rozpustidla ze sloupce usazeného benzofurazan-1-oxidu na principu chromatografického promytí v koloně, za použití nasyceného roztoku etanolu jako eluátu, přičemž není podstatné, zda k nasycení etanolu dojde rozpuštěním části produktu přímo v horní části kolony, nebo zda nasycený roztok je připraven separátně rozpuštěním suchého benzofurazan-1-oxidu.

Výška sloupce benzofurazan-1-oxidu je odporem filtračního koláče omezena na maximum asi 2 m, k zachování pístového toku je tím limitován průměr kolony. Je výhodné provádět odvodnění v baterii kolon, přičemž nátoky suspenze benzofurazan-1-oxidu a promývací vody jsou vedeny paralelně, kdežto nátok etanolu je veden pomocí čerpadel mezi každou kolonou sériově. Tímto uspořádáním je dosaženo příznivého poměru výšky sloupce k průměru filtračního koláče a současně jsou časově zkráceny operace filtrace matečného louhu a promývání vodou. Odvodnění lze provádět jak za vakua, tak i za přetlaku, přičemž zdroj přetlaku nebo vakua je zapojen paralelně ke všem kolonám.

Způsob odvodnění byl ověřen na skleněné koloně o vnitřním průměru 150 mm a délce 1 m, opatřené na spodku jalovým dnem s filtrační plachetkou a výstupným kohoutem.

Příklad 1

Do kolony se za současného odsávání napustí asi 50 l suspenze benzofurazan-1-oxidu. Jakmile dojde k poklesu hladiny matečné kapaliny pod povrch sloupce benzofurazan-1-oxidu přidá se na 2x 10 l promývací vody za účelem odstranění anorganických solí. Po vsáknutí promývací vody se přidá 2 l etanolu nasyceného benzofurazan-1-oxidem. Po jeho vsáknutí se přidává čistý etanol. Průtok filtrátu se sleduje ve skleněném potrubí. Ostrý přechod mezi čistou promývací vodou a vodnoalkoholickou fází zakalenou vysráženým benzofurazan-1-oxidem je velmi zřetelný. Tato fáze se jímá samostatně tak dlouho až dojde k vyčerpání filtrátu. Objem této mezifáze je asi 0,5 l. Výška sloupce benzofurazan-1-oxidu po skončení odvodnění je asi 65 cm a celková doba trvání všech operací činí asi 1 hod.

Za současného přivádění čistého etanolu do kolony se obsah přesaje ve formě suspenze do reaktoru k dalšímu výrobnímu stupni.

Příklad 2

Naplnění kolony suspenzí benzofurazan-1-oxidu je stejné jako v příkladu 1. Jakmile dojde k poklesu hladiny promývací vody asi 5 cm pod povrch sloupce benzofurazan-1-oxidu odsávání se přeruší a přidá se 1 l čistého bezvodého etanolu. Po nasycení etanolu benzofurazan-1-oxidem za promíchání horní vrstvy tyčinkou, se znovu započne s odsáváním za stálého doplňování čerstvého etanolu tak, aby nad povrchem benzofurazan-1-oxidu byla udržována malá konstantní výška etanolu. Další postup je shodný jako v příkladu 1. Vzhledem k použití čistého etanolu je výška sloupce benzofurazan-1-oxidu po promytí nižší než v příkladu 1.

Příklad 3

Místo odsávání matečné a promývací kapaliny pomocí vakua se použije mírného přetlaku (0,15 MPa). Z tohoto důvodu jsou jak suspenze, tak i promývací voda a etanol přidávány do kolony po částech. Co do množství a druhu surovin je provedení shodné s příkladem 1.

Předmět vynálezu

Způsob odvodnění benzofurazan-1-oxidu, vyznačený tím, že suspenze benzofurazan-1-oxidu a promývací vody se napouští do jedné nebo několika filtračních kolon a po odfiltrování matečné kapaliny a promývací vody se voda nebo voda s hydrofilním rozpustidlem vytěsňuje etanolem nebo etanolem nasyceným benzofurazan-1-oxidem, přičemž výška koláče je alespoň dvojnásobná proti jeho průměru a průtok kapaliny je veden tak, aby bylo dosaženo pístového toku.