



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

254623

(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴

C 07 D 251/18

(22) Přihlášeno 30 05 86

(21) PV 3979-86.0

(40) Zveřejněno 14 05 87

(45) Vydáno 15 05 88

(75)

Autor vynálezu

KALÁB JIŘÍ ing., MORÁVEK JOSEF ing., PARDUBICE

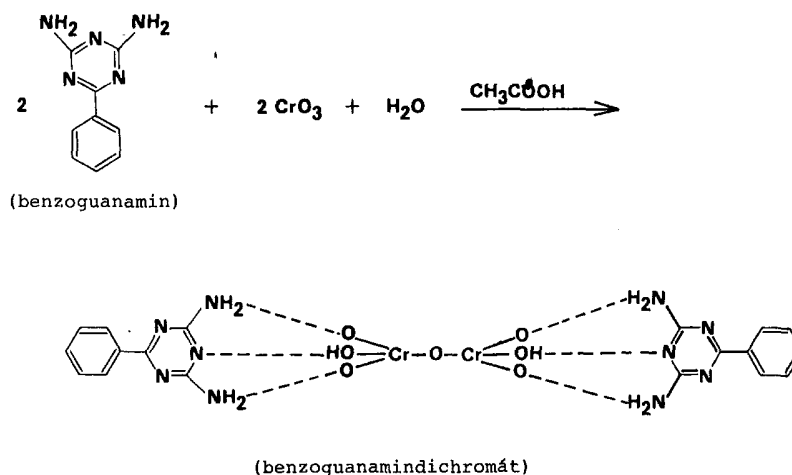
(54) Způsob přípravy benzoguanamindichromátu

Způsob přípravy benzoguanamindichromátu reakcí benzoguanaminu s kysličníkem chromovým za přítomnosti kyseliny octové tak, že se benzoguanamin suspenduje ve vodném roztoku kyseliny octové, pak se vmíchá kysličník chromový a po separaci benzoguanamindichromátu se recirkuluje matečný filtrát do následující operace a vsádka se doplňuje konstantním množství kyseliny octové, benzoguanaminu a kysličníku chromového, přičemž surový produkt se promývá recirkulovanou promývací vodou a pak čerstvou vodou a z přebývajícího množství promývací vody se odstraní chrom čířením železnatou solí.

Vynález se týká způsobu přípravy benzoguanamindichromátu, který je vysoce efektivním antikorozivním aditivem do nátěrových kompozic na ochranu ocelových povrchů. Benzoguanamindichromát se vyznačuje tak jako všechny triazinové dichromáty nepatrnou rozpustností ve vodě, výrazně zvyšuje adhezi barviva a jeho houževnatost na kovovém povrchu, má fungicidní účinky.

Benzoguanamindichromát se připravuje buď smícháním vodného roztoku kyseliny octové s benzoguanaminem a kyslíčkem chromovým, anebo smícháním vodného roztoku hydrochloridu benzoguanaminu a $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, přičemž kovová složka je vždy přidávána v přebytku.

Příprava benzoguanamindichromátu probíhá podle následujícího schématu:



Uvedený způsob je však provázen značným množstvím odpadní kyseliny octové a vyznačuje se poměrně vysokou spotřebou CrO_3 .

Nyní bylo zjištěno, že způsobem podle vynálezu lze připravit benzoguanamindichromát bez předchozích nevýhodných aspektů.

Způsob přípravy benzoguanamindichromátu reakcí benzoguanaminu s kyslíčkem chromovým za přítomnosti kyseliny octové spočívá podle vynálezu v tom, že se benzoguanamin suspenduje ve vodném roztoku kyseliny octové, pak se vmíchá kyslíčník chromový a po separaci benzoguanamindichromátu se recirkuluje matečný filtrát do následující operace. Vsádka se doplňuje konstantním množstvím kyseliny octové, benzoguanaminu a kyslíčníku chromového, přičemž surový produkt se promývá recirkulovanou promývací vodou a pak čerstvou vodou a z přebývajícího množství promývací vody se odstraní chrom čiřením železnatou solí.

Proti dosavadním způsobům výroby se vyznačuje nový postup výrazným snížením odpadů (především kyseliny octové, která je recirkulována zpět do procesu ve formě matečného roztoku) bez nároků na regeneraci rozpouštědla, snížením spotřeby CrO_3 bez změny kvality produktu a vyšší hygienou práce.

Příprava benzoguanamindichromátu je provozně velmi jednoduchá a aparaturně nenáročná. Vyžaduje dle realizovaného objemu produkce pouze kotel či jinou nádobu v nerezovém či smaltovaném provedení (ocel tř. 11) se spodní výpustí, filtrační nuč, zásobník, matečný filtrát a odměrky na vodu, popřípadě recirkulovanou promývací vodu.

Níže uvedené příklady ilustrují provedení podle vynálezu.

P ř í k l a d 1

Do kotlíku se předloží 400 ml zředěné kyseliny octové (1:1) a vnese se za míchání 25 g benzoguanaminu. Po 1/2 h vymíchání se vnese po částech 16,7 g kysličníku chromového a míchá se 5 hodin při teplotě místnosti. Potom se suspenze benzoguanamindichromátu odfiltruje a získá se cca 395 g matečného filtrátu.

Filtrační koláč se promyje 4x 150 ml studené vody a pak se suší při 90 °C do konstantní hmotnosti. Výtěžek činí 38,8 g benzoguanamindichromátu, tj. 98,09 %.

P ř í k l a d 2

Do kotlíku se předloží 395 g matečného filtrátu z předchozí operace a přidá se 28 g čerstvého 50% roztoku CH_3COOH a pak se vmíchá 25 g benzoguanaminu. Po 1/2 h se vnese po částech 14 g CrO_3 a míchá se 2,5 hodin. Filtrací bylo opět získáno 395 g matečného filtrátu. Filtrační koláč byl promyt promývací vodou z předchozí operace a pak ještě 100 ml čerstvé vody. Výtěžek činí 36 g, tj. 91 %.

P ř í k l a d 3

Do kotlíku se předloží stejné množství matečného filtrátu, 50% kyseliny octové, benzoguanaminu a CrO_3 jako v př. 2. Směs se 2 hodiny vymíchává. Potom se reakční směs ponechá 8 hodin v klidu a filtruje na nuči. Koláč se promyje obdobným způsobem jako v předchozím příkladě. Na závěr se použije 200 ml čerstvé vody. Výtěžek činí 42 g, tj. 106,18 %.

Průměrný výtěžek ze tří operací činil 98,4 % teorie na nasazený benzoguanamin. Chrom z odpadních vod lze spolehlivě odstranit čířením za použití FeSO_4 a CaO , popřípadě kombinací s Na_2SO_3 .

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob přípravy benzoguanamindichromátu reakcí benzoguanaminu s kysličníkem chromovým za přítomnosti kyseliny octové vyznačený tím, že se benzoguanamin suspenduje ve vodném roztoku kyseliny octové, pak se vmíchá kysličník chromový a po separaci benzoguanamindichromátu se recirkuluje matečný filtrát do následující operace a vsádka se doplňuje konstantním množstvím kyseliny octové, benzoguanaminu a kysličníku chromového přičemž surový produkt se promývá recirkulovanou promývací vodou a pak čerstvou vodou a z přebývajícího množství promývací vody se odstraní chrom čířením železnatou solí.