



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

208 528

(11) (B1)

(51) Int. Cl.³

C 07 C 143/62

(22) Přihlášeno 09 07 79
(21) PV 4791-79

(40) Zveřejněno 30 06 80

(45) Vydáno 01 08 83

(75)

Autor vynálezu

PRÁCHENSKÝ Jiří, Ing., TERČ Jiří, Ing., VOKÁL Jozef, ŠÁLEK Jaroslav a
TRPÍK Ludvík, Ing., Pardubice

(54) Způsob výroby 4,4'-diaminostilben-2,2'-disulfokyseliny

1

Vynález se týká zlepšeného způsobu výroby kyseliny 4,4'-diaminostilben-2,2'-disulfonové a jejích solí. Cílem tohoto vynálezu je poskytnout ekonomicky výhodný způsob průmyslové výroby uvedené sloučeniny.

Diaminostilbendisulfokyselina popřípadě její sodná sůl se získává, jak je obecně známo, redukcí příslušné nitrosloučeniny 4,4'-dinitrostilben-2,2'-disulfokyseliny nebo její sodné soli jako velmi důležitý meziprodukt, používaný v průmyslu barviv, zejména pak při výrobě opticky zjasňujících prostředků stilbenového typu.

Průmyslově nejrozšířenější je stále ještě Béchampova redukce litinovou drtí v prostředí vhodného elektrolytu, i když v poslední době tomuto způsobu výroby narůstá vážná konkurence v podobě tlakové hydrogenace vodíkem za užití vhodného katalysátoru. Přesto však Béchampova redukce zůstává stále ještě dominujícím způsobem průmyslové výroby. Je proto nejvýš účelné hledat taková zlepšení stávající klasické technologie, která by její konečný ekonomický i provozně technologický efekt výrazně zlepšila.

Jedním z řešení a zvýhodnění stávající Béchampovy redukce je předmět tohoto vynálezu. Jeho předpokladem je taková redukující kombinace litina-elektrolyt, která při vysoké konverzi nitrolátky navozuje průběh procesu s vysokou selektivitou při důsledné ochraně připraveného produktu před následnou destrukcí vzdušným kyslíkem (viz. A.O. 187.179).

Dosavadní způsob výroby diaminostilben-

2

disulfokyseliny používá dávkování v pevné formě, která je uváděna do procesu ať už manuálním způsobem nebo pomocí mechanických dávkovačů různé konstrukce. Tento způsob však není schopen zaručit přísun redukované nitrosloučeniny o konstantní koncentraci kontinuálním způsobem, který by byl předpokladem optimálně vedeného redukčního procesu při konstantních podmínkách redukce, t. j. především při konstantní koncentraci vstupní nitrolátky. Výsledkem takového procesu, i za užití vhodné redukční kombinace litina-elektrolyt, je roztok produktu, z něhož po separaci Fe-kalů, vlastní produkt, t. j. diaminostilbendisulfokyselina nebo její sodná sůl, je izolován vykyselením minerální kyselinou nebo vysolením a separován v pevné formě, aby tak část znečišťujících vedlejších ve vodě rozpustných látek byla odstraněna v matečných loužích po separaci produktu.

Předmětem zlepšeného způsobu výroby dle předloženého vynálezu je dávkování vstupní nitrosloučeniny ve formě vodného roztoku nebo suspenze o vhodné a známé koncentraci. Obsluha redukce zabývá se pak jen kontrolou přítoku vstupního roztoku či suspenze nitrolátky mechanickým ventilem nebo kontrolou dávkování automaticky řízeného dávkování zpětnou vazbou na průběh procesu.

Z reakční soustavy, kterou je roztok sodné soli diaminostilbendisulfokyseliny po alkalisaci a separaci Fe-kalů, není již vlastní produkt izolován v pastovité pevné formě, ale je dopravován přímo do navazující vý-

roby barviv nebo OZP, protože vyhovuje jak svou kvalitou (minimální zabarvení a minimální obsah vedlejších látek), tak svou koncentrací (cca 100 g/l roztoku).

Tento zlepšený způsob výroby navozuje tak řadu ekonomických efektů, jako je:

- snížení pracnosti činnosti obsluhy při vlastní redukci,
- úspory materiálu, energie a pracovních sil v závěrečné fázi přípravy diaminostilbendisulfokyseliny i ve vstupní fázi navazující výroby například opticky zjasňujících prostředků tím, že není produkt izolován ve formě pasty, ale jako roztok z redukce přímo dopravován na místo svého dalšího využití,
- úspory chemického zařízení (separace produktu v pevné formě),
- zvýšení výtěžků produktu redukčního procesu vyloučením mechanických ztrát a ztrát v matečných loužích při separaci diaminostilbendisulfokyseliny resp. její sodné soli,
- zlepšení ekologie procesu vyloučením odpadních vod,
- navozování dalšího zlepšení výroby tím, že je umožněna doprava nitrolátky do výroby diaminostilbendisulfokyseliny a doprava produktu z redukce do navazu-

jící výroby ve formě, umožňující pneumatickou dopravu těchto soustav.

Příklad

Do reduktoru se uvede 1700 litrů vody, za míchaní pak vnese 600 kg litiny a 100 kg NH_4Cl , načež se soustava uvede na teplotu bodu varu a ponechá na této teplotě cca 1 hodinu. Mezitím se připraví v zásobníku roztok z 645 kg 100 %-ní dinitrostilbendisulfokyseliny ve formě roztoku své sodné soli a 1700 litrů vody, vyhřátý na teplotu 70–80 °C. Po skončení leptání litiny je do reduktoru uváděn roztok nitrolátky po dobu cca 3–5 hodin. Po skončení redukce, ověřeném analytickou kontrolou na vzorku reakční soustavy, načež je zalkalisována a odstraněny Fe kaly. Výsledkem procesu přípravy diaminostilbendisulfokyseliny je pak roztok sodné soli této kyseliny o koncentraci cca 100 g diaminostilbendisulfokyseliny/l roztoku, který je dopraven, po event. zdržení v mezizásobníkové nádrži, do navazující výroby barviv nebo opticky zjasňujících prostředků k dalšímu zpracování.

Výsledkem procesu je cca 94 %-ní výtěžek diaminostilbendisulfokyseliny ve formě její sodné soli o zabarvení 3 %-ního roztoku vzorku této kyseliny $E = 0,04 - 0,1$.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob výroby 4,4'-diaminostilben-2,2'-disulfokyseliny redukcí sodné soli příslušné nitrolátky železem v prostředí elektrolytu, vyznačující se tím, že nitrolátka je do redukčního procesu uváděna ve formě rozto-

ku nebo suspenze, přičemž produktem procesu je roztok sodné soli diaminostilbendisulfokyseliny, který po alkalizaci a separaci Fe kalů je v této formě dopravován do navazující výroby.