

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

212039

(11)

(B1)

[51] Int. Cl.³

C 09 B 3/60

(22) Přihlášeno 01 10 80

(21) (PV 6620-80)

(40) Zveřejněno 31 07 81

(45) Vydáno

[75]

Autor vynálezu

ŠRÁMEK LADISLAV ing. CSc., HRADEC KRÁLOVÉ

[54] Způsob krystalizace benzantronu

ANOTACE

Krystalizace benzantronu z horké reakční směsi po ukončení kondenzace. Roztok benzantronu v horké kyselině sírové se ředí přídavkem horké rozptýlené vody, což vede k postupnému vylučování produktu v krystalické, rychle filtrující formě.

Vynález se týká způsobu krystalizace benzantronu z horké reakční směsi po ukončení kondenzace.

Benzantron je důležitým základním meziproduktem celé řady barviv vynikající kvality a lze jej považovat za základní meziprodukt benzantronové chemie. Příprava benzantronu kondenzací antrachinonu s glycerinem v prostředí kyseliny sírové za redukčního působení železa je popsána v celé řadě referátů a monografií v různých modifikacích. Zároveň však existuje řada prací motivovaných snahou nahradit tuto technologii využitím meziproduktů dehtové chemie, např. příprava benzantronu z 1-benzoylnaftolu. Průmyslově se však benzantron vyrábí klasickou technologií, kde byla pozornost zatím věnována hlavně vedlejším reakcím a nepříjemným průvodním jevům jako pění reakční směsi, intenzivnímu vývinu vodíku, exhalacím, viskozitě, míchání. Důležitému výrobnímu stupni, a to krystalizaci produktu z reakční směsi po ukončení kondenzace doposud pozornost věnována nebyla. Při dosavadním způsobu výroby se po ukončení kondenzace ředí reakční směs proudem studené vody, čímž se snižuje rozpustnost benzantronu, který se ze směsi vylučuje. Produkt se však získává v nevyhovující lepidivé formě, která obtížně filtruje a špatně se promývá, obsah sušiny je malý. Vybírání takového produktu z nučí je mechanicky obtížné a ztrátové.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob krystalizace benzantronu z horké reakční směsi po ukončení reakce snížením jeho rozpustnosti v kyselině sírové přidávkou vody a oddělením vyloučeného benzantronu od kapalné fáze, jehož podstata spočívá v tom, že se do reakční směsi po ukončení reakce přivádí rozptýlená voda o teplotě 40 až 100 °C, případně ve formě páry anebo mlhy.

Příznivý vliv působení horké rozptýlené vody na krystalizaci benzantronu si lze vysvětlit jednak pomalejším sycením roztoku benzantronu v horké kyselině sírové v dů-

sledku vyšší teploty reakční směsi, ale i způsobem homogenního sycení obsahu krystalizátoru při použití dispergované horké vody. Kapky horké vody vytváří v míchaném krystalizátoru relativně malé a málo stabilní zóny lokálního přesycení, které se rozmícháním ihned likvidují a vedou k plynulému, řízenému přesycení a vytváří tak základní podmínky pro dostatečný vývin krystalů. Další výhodou je to, že dispergovaná voda působí jako sprcha a tak přispívá k čištění atmosféry v pracovním prostředí kolem krystalizátoru. Způsobem podle vynálezu se získá krystalický benzantron, který dobře filtruje, promývá. Rychlost krystalizace se zvýšila 5 až 20krát a rychlost se v důsledku toho podstatně zkrátila, což promytí 3 až 10krát. Sušina promytého produktu je kolem 60 %, zatímco při dosavadním postupu byla kolem 20 %. Doba sušení vede k úspoře energie. Zrychlení filtrace vytváří podmínky i pro intenzifikaci výroby.

Pro objasnění podstaty vynálezu je dále uveden příklad provedení:

Příklad:

Kondenzace: Do kádě o objemu 5000 l se předloží 1600 l kyseliny sírové koncentrované a tolik vody, aby výsledná koncentrace byla 87 %. Vnese se 400 kg antrachinonu a 70 kg síranu měďnatého, vyhřeje na 130 °C a přidává se suspenze redukčního železa v glycerinu (221 kg glycerinu a 304 kg dispergovaného železa). Po ukončení kondenzace tvoří reakční směs 2000 kg roztoku benzantronu v kyselině sírové.

Krystalizace: Do reakční směsi po ukončení kondenzace se za míchání během 0,5 až 4 hodin přidává 1000 až 3000 l disperze horké vody 80 °C. Během přidávání horké vody se reakční směs postupně sytí a vylučuje se benzantron v krystalické, dobře filtrující formě. Po ochlazení na cca 60 °C se suspenze filtruje a promývá na nučích. Získá se pasta benzantronu o sušině 60–70 %.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob krystalizace benzantronu z horké reakční směsi po ukončení reakce snížením jeho rozpustnosti v kyselině sírové přidávkou vody a oddělením vyloučeného benzan-

tronu od kapalné fáze vyznačující se tím, že se do reakční směsi po ukončení reakce přivádí rozptýlená voda o teplotě 40 až 100 °C, případně ve formě páry a/nebo mlhy.