



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

238 194

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 01 11 83
(21) PV 8044-83

(51) Int. Cl.³
C 01 G 3/10

(40) Zveřejněno 31 08 84
(45) Vydáno 01 05 87

(75)
Autor vynálezu

RAKUŠAN JAN ing. CSc., PŘELOUČ,
REJLEK ANTONÍN ing.,
RŮŽIČKA KAREL ing.,
LORENC JOSEF, PARDUBICE,
FLORIÁN LADISLAV, HRADEC KRÁLOVÉ

(54)

Amokompex síranu měďnatého

Amokompex síranu měďnatého pro použití v případě ftalocyaninu mědi tvořený částicemi uvedeného komplexu o velikosti 5 až 100 mikrometrů, které obsahují popřípadě jemně rozptýlený molybdenan amonný nebo sodný, v hmotnostním množství 0,1 až 1 % nebo hydrogenfosforečnan amonný, chlorid sodný, popřípadě draselný nebo amonný v hmotnostním množství 5 až 50 % a způsob jeho přípravy amokompexu tak, že se vodný amoniakální roztok síranu měďnatého suší rozprašovací způsobem, popřípadě v přítomnosti molybdenanu amonného nebo sodného, nebo hydrogenfosforečnanu amonného, popřípadě chloridu sodného, draselného, či amonného při teplotě sušícího prostoru 140 až 240 °C a 60 až 120 °C na výstupu z něj. Příprava uvedených amokompexů umožňující sušení a izolaci produktu bez jeho částicového rozkladu, což zjednodušuje jeho další zpracování.

Vynález se týká amokomplexu síranu měďnatého pro použití v přípravě ftalocyaninu mědi a způsobu jeho přípravy. $\text{Cu}(\text{NH}_3)_4 \text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ - síran tetra^aamomonoamoměďnatý se připravuje reakcí vodného roztoku síranu měďnatého a koncentrovaného vodného roztoku amoniaku. Vzniklý produkt je velmi dobře rozpustný ve vodě, a proto zůstává po reakci v roztoku, který je tmavě modrý, a z kterého jej lze izolovat krystalizací po přidání poměrně značného množství etylalkoholu. Izolovaný produkt tvoří lazurově modré krystalky, které je nutno šetrně sušit, neboť se při zahřívání pozvolna rozkládají. Izolovaný produkt je převážně $\text{Cu}(\text{NH}_3)_4 \cdot \text{SO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$, může však v závislosti na podmínkách přípravy obsahovat jisté množství $\text{Cu}(\text{NH}_3)_2 \cdot \text{SO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$.

Nyní bylo zjištěno, že lze připravit síran tetra^aamomonoamoměďnatý, který je ve velmi jemné, reaktivní formě a tudíž výhodně použitelný pro dříve uvedené účely přípravy ftalocyaninu mědi.

Amokomplex síranu měďnatého pro použití v přípravě ftalocyaninu mědi spočívá podle vynálezu v tom, že je tvořen částčkami uvedeného komplexu o velikosti 5 až 100 mikrometrů, které obsahují popřípadě jemně rozptýlený molybdenan amonný nebo sodný v množství 0,1 až 1 % nebo hydrofosforečnan amonný, chlorid sodný, popřípadě draselný nebo amonný v množství 5 až 50 % hm.

Způsob přípravy amokomplexu spočívá podle vynálezu v tom, že se vodný amoniakální roztok síranu měďnatého suší rozprašovacím způsobem, popřípadě v přítomnosti molybdenanu amonného nebo sodného, nebo hydrofosforečnanu amonného, popřípadě chloridu sodného, draselného, či amonného při tep-

lotě sušícího prostoru 140 až 240 °C a 60 až 120 °C na výstupu z něj.

Při tomto způsobu vedení procesu proběhne vlastní izolace a sušení síranu tetra^amonomonoamomědnatého tak rychle, že prakticky nedochází k rozkladu produktu. Do sušeného roztoku je možno přidat jisté množství molybdenanu amonného, hydrofosforečnanu amonného, chloridu sodného, draselného, či amonného, čímž se docílí lepší zpracovatelnosti v dalším postupu.

Produkt je připraven v optimální formě pro další zpracování a aplikaci. Převážně je tvořen $\text{Cu}(\text{NH}_3)_4 \cdot \text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, může však v závislosti na podmínkách přípravy obsahovat, jak bylo dříve uvedeno jisté množství $\text{Cu}(\text{NH}_3)_2 \cdot \text{SO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, případně molybdenan amonný nebo další dříve jmenované soli.

Způsob přípravy síranu tetra^amonomonoamomědnatého podle vynálezu umožňuje v procesu izolace vypustit použití etylalkoholu, což ve svém důsledku vede k zjednodušení procesu a snížení rizika požáru a výbuchu.

Níže uvedené příklady ilustrují provedení způsobu podle vynálezu.

Příklad 1

Do rozprašovací sušárny, například typu Anhydro se při teplotě 180 °C v komoře a 80 °C na výstupu dávkuje tmavomodrý roztok, vzniklý smíšením roztoku 400 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ v 400 ml H_2O a 600 ml 25 % vodného roztoku amoniaku. Tímto způsobem se získá 336 g lazurově modrého produktu, který je ve velmi jemné formě a obsahuje 27,14 % Cu.

Příklad 2

Do rozprašovací sušárny například typu Anhydro se při teplotě 180 °C v komoře a 80 °C na výstupu uvádí současně roztok 400 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ v 400 ml vody a 600 ml 25% vodného roztoku amoniaku. Oba roztoky se dávkují současně, takže k vlastní tvorbě amokomplexu dochází až v sušárně. Tímto způsobem se získá 330 g lazurově modrého produktu, který je ve velmi jemné formě a obsahuje 28,04 % Cu.

Příklad 3

238 194

Do rozprašovací sušárny, například typu Anhydro se při teplotě 180 °C v komoře a 80 °C na výstupu uvádí roztok, obsahující 1 500 ml H₂O, 400 g CuSO₄ · 5H₂O, 600 ml 25% vodného roztoku amoniaku a 172 g NH₄Cl. Tímto způsobem se získá 506 až 571 g lazurově modrého produktu, který je v práškovitém stavu a obsahuje 20,4 až 19,8 % Cu.

Příklad 4

Do rozprašovací sušárny jako v příkladech předchozích, se při teplotě 180 °C v komoře a 80 °C na výstupu uvádí roztok obsahující 1 500 ml H₂O, 400 g CuSO₄ · 5H₂O, 600 ml 25% vodného roztoku amoniaku a 188 g NaCl. Získá se 506 g lazurově modrého produktu obsahujícího 20,1 % Cu.

Příklad 5

Do rozprašovací sušárny jako v předchozích příkladech se uvádí roztok CuSO₄ · 5H₂O a ostatní látky uvedené v příkladu 4 s tím, že místo NaCl se dávkuje 239 g KCl. V příkladech 1 až 5 vyrovený amokomplex síranu měďnatého se dále použije při přípravě ftalocyaninu mědi, jak je uvedeno v následujících příkladech.

Příklad 6

Do horizontálního reaktoru opatřeného horizontálně uloženým, vhodně tvarovaným míchadlem, topným pláštěm, přepážkou, šnekovým dávkovačem, turnikotovým odběrem produktu a přestupníkem, kterým se odvádí vedlejší plynné zplodiny do absorpčního systému, se předloží 2 000 g surového ftalocyaninu mědi. Aparatura se naplní dusíkem a vyhřeje na 195 °C. Poté se spustí míchadlo, turniket a šnekový dávkovač, kterým se začne nepřetržitě přivádět směs 38,17 % anhydridu kyseliny ftalové, 46,37 % močoviny, 15,34 % amokomplexu síranu měďnatého, obsahujícího 27,14 % Cu.

Zároveň se do aparatury přivádí dle potřeby dusík tak, aby celý provoz probíhal v inertní atmosféře. Z turnikotového odběru se začne odebírat produkt. Po odběru 4 000 g produktu je všechn původně předložený ftalocyanin mědi vyměněn a z reaktoru odchází produkt vyrobený z nepřetržitě přiváděné výše popsané směsi komponent. Takto vyrobený ftalocyanin mědi je v sypké formě bez spečených kousků a hrudek a dosahuje při zpracování na pigment některých z obvyklých způsobů, špičkové kvality.

Příklad 7

Podle způsobu popsaného v příkladu 6 se do reaktoru uvádí směs 38,17 % anhydridu kyseliny ftalové, 46,34 % močoviny, 0,12 % kyseliny molybdenové při jinak stejném postupu.

Příklad 8

Podle způsobu popsaného v příkladu 6 se do reaktoru uvádí směs 38,17 % anhydridu kyseliny ftalové, 46,22 % močoviny a 15,49 % amokomplexu síranu měďnatého, připraveného na rozprašovací sušárně, ve kterém bylo během přípravy homogenně rozptýleno 0,12 % molybdenanu amonného, při jinak stejném postupu.

Příklad 9

Podle způsobu popsaného v příkladu 6 se do reaktoru uvádí směs 73,22 % surového ftalocyaninu mědi, 10,21 % anhydridu kyseliny ftalové, 12,43 % močoviny, 4,10 % amokomplexu síranu měďnatého a 0,04 % molybdenanu amonného při jinak stejném postupu.

Příklad 10

Podle způsobu popsaného v příkladu 6 se do reaktoru uvádí směs 26,49 % anhydridu kyseliny ftalové, 8,70 % monosodné soli kyseliny 4-chlorftalové, 51,74 % močoviny, 12,95 % amokomplexu síranu měďnatého a 0,12 % molybdenanu amonného při jinak stejném postupu. Získá se tak parciálně chlorovaný ftalo-

cyanin mědi, který je vhodnou surovinou při výrobě modifikace, stabilní v aromatických rozpouštědlech.

Při stejném postupu jako v příkladu 6 se do reaktoru uvádějí variantně směsi uvedené v následujících příkladech.

Příklad 11

40,91 % kyseliny ftalové, 44,32 % močoviny, 14,64 % amokomplexu síranu měďnatého a 0,12 % molybdenanu amonného.

Příklad 12

42,28 % diaminu kyseliny ftalové, 40,28 % močoviny, 17,31 % amokomplexu síranu měďnatého a 0,13 % molybdenanu amonného.

Příklad 13

44,65 % imidu kyseliny ftalové, 37,46 % močoviny, 17,72 % amokomplexu síranu měďnatého a 0,17 % molybdenanu amonného.

Příklad 14

45,62 % monosodné soli kyseliny ftalové, 40,05 % močoviny, 14,20 % amokomplexu síranu měďnatého, a 0,13 % molybdenanu amonného.

Příklad 15

31,80 % anhydridu kyseliny ftalové, 46,74 % močoviny, 8,80 % síranu sodného bezvodého, 12,56 % amokomplexu síranu měďnatého a 0,10 % molybdenanu amonného.

Příklad 16

24,00 % anhydridu kyseliny ftalové, 15,29 % draselné soli kyseliny 4-sulfoftalové, 48,00 % močoviny, 12,61 % amokomplexu síranu měďnatého a 0,10 % molybdenanu amonného.

Příklad 17

16,12 % anhydridu kyseliny ftalové, 7,82 % monosodné soli kyseliny 4-chlorftalové, 15,29 % draselné soli kyseliny

4-sulfoftalové, 49,10 % močoviny, 11,56 % amokomplexu síranu měďnatého a 0,11 % molybdenanu amonného.

Příklad 18

35,69 % anhydridu kyseliny ftalové, 50,10 % močoviny, 13,73 % amokomplexu síranu měďnatého, 0,48 % hydrofosforečnanu amonného.

Příklad 19

35,69 % anhydridu kyseliny ftalové, 50,44 % močoviny, 13,73 % amokomplexu síranu měďnatého a 0,14 % molybdenanu sodného.

Údaje v příkladech 6 až 19 uváděné v % se rozumí v hmotnostních %.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

238 194

1. Amokomplex síranu měďnatého pro použití v přípravě ftalocyaninu mědi vyznačený tím, že je tvořen částčkami uvedeného komplexu o velikosti 5 až 100 mikrometrů, které obsahují popřípadě jemně rozptýlený molybdenan amonný nebo sodný, ^{hmotnostním} v množství 0,1 až 1 % nebo hydrog^{gen}fosforečnan amonný, chlorid sodný, popřípadě draselný nebo amonný v množství ^{hmotnostně} 5 až 50 %, **vztaheno vždy na amokomplex jako celek.**
2. Způsob přípravy amokomplexu podle bodu 1, vyznačený tím, že se vodný amoniakální roztok síranu měďnatého suší rozprašovacím způsobem, popřípadě v přítomnosti molybdenanu amonného nebo sodného, nebo hydrog^{gen}fosforečnanu amonného, popřípadě chloridu sodného, draselného, či amonného při teplotě sušicího prostoru 140 až 240 °C a 60 až 120 °C na výstupu z něj.