



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU

## K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

213 655

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita  
(22) Přihlášeno 27 10 80  
(21) PV 7229-80

(51) Int. Cl. C 07 D 251/32

(40) Zveřejněno 29 05 81  
(45) Vydáno 01 04 84

(75) NAVRÁTILOVÁ HANA ing., PARDUBICE  
Autor vynálezu PETIRA OLDŘICH ing., HRADEC KRÁLOVÉ  
POŠÍKOVÁ JITKA, PARDUBICE

(54) Způsob čištění surové kyseliny kyanurové

Způsob čištění surové kyseliny kyanurové, obsahující větší množství méně rozpustných nečistot, např. ftalimid, spočívající v tom, že se surovina rozpustí v nadbytku anorganické báze, např. hydroxidu alkalického kovu, vzniklá suspenze se vyhřeje na 50 °C, nerozpustný podíl se oddělí filtrací a čistá kyselina kyanurová se vylouží z roztoku po ochlazení okyselením předloženou minerální kyselinou.

Využití přichází v úvahu při zpracování kyseliny kyanurové, např. při výrobcích, v nichž je kyselina kyanurová surovinou, a při čištění odpadních vod při výrobě ftalecyaninů.

Vynález se týká způsobu čištění surové kyseliny kyanurové, obsahující větší množství méně rozpustných nečistot, z nichž nejvýznamnější je ftalimid.

Kyselina kyanurová, izolovaná krystalizací z kyselých odpadních vod po rafinaci surového ftalocyaninu mědi, připraveného suchým kontizpůsobem podle čs. patentu č. 124 140 z ftalanhydridu, močoviny,  $\text{Cu}_2\text{Cl}_2$  za katalytického účinku molybdenanu amonného, časte obsahuje 15 až 20 % ftalimidu. Pro kyselinu kyanurovou i ftalimid je charakteristická nízká rozpustnost ve vodě (4 g/100 g vody kyseliny kyanurové a 0,4 g/100 g vody ftalimidu při 100 °C) a navíc kyselina kyanurová lehce tvoří přesycené roztoky. Obě tyto vlastnosti jsou překážkou pro ekonomické využití krystalizace z vody k čištění surové kyseliny kyanurové.

Známé způsoby čištění kyseliny kyanurové jsou většinou odvislé od způsobu syntézy kyseliny kyanurové, neboť ten je určujícím bodem pro druh přítomných nečistot. Například při výrobě kyseliny kyanurové pyrolýzou močoviny za přítomnosti katalyzátoru při teplotě nad 190 °C se získá produkt, obsahující jako hlavní nečistotu cca 25 % ammelidu vedle dalších ve vodě nerozpustných látek. Podle literatury se doporučuje: tuto surovou kyselinu kyanurovou čistit extrakcí N, N-dialkylformamidem, který je výborným rozpouštědlem pro kyselinu kyanurovou. Nerozpustný ammelid se oddělí extrakcí. Kyselinu kyanurovou připravenou z dikyandiamidu, močoviny a chloridu amonného, která obsahuje též 10 až 20 % ammelidu, lze podle dalšího literárního odkazu čistit rekrystalizací pomocí rozpustného komplexu kyseliny kyanurové s aldehydem. Nerozpustný zbytek, převážně ammelid, se odstraní filtrací a kyselina kyanurová se alkalizací filtrátu uvelní a izoluje v podobě monosodné soli o čistotě 99 % účinné složky.

Nyní byl nalezen způsob čištění surové kyseliny kyanurové, obsahující jako méně rozpustné nečistoty, například ftalimid, jehož podstata spočívá v tom, že uvedená kyselina se rozpustí v nadbytku 2,5 ekvivalentu anorganické báze, s výhodou hydroxidu alkalického kovu, vzniklá suspenze se vyhřeje na teplotu 50 °C, nerozpustný podíl se oddělí filtrací a kyselina kyanurová se vylouží z roztoku po ochlazení na teplotu 20 °C okyselením minerální kyselinou.

Vynález vychází ze zjištění, že při čištění surové kyseliny kyanurové lze výhodně využít zvýšené reakční rychlosti hydrolyzy ftalimidu, přítomného v této kyselině, vlivem vhodného alkalického prostředí. Reakčními produkty hydrolyzy ftalimidu jsou kyselina ftalaminová a ftalová, které se vyznačují vysokou rozpustností ve vodě. Nadbytek anorganické báze je zároveň podmínkou dokonalé rozpustnosti kyseliny kyanurové ve vodě ve formě dibazické soli. Zahřátím alkalické reakční směsi se docílí zlepšení koagulace nerozpustných kovových nečistot a nepatrného zbytku ftalocyaninu mědi jemné formy, které lze z reakční směsi dokonale odstranit filtrací. Jako anorganické báze k čištění kyseliny kyanurové lze použít NaOH, KOH a naopak není vhodné aplikovat hydroxid amonný a uhličitán sodný, neboť se jedná o slabé báze. Z filtrátu, obsahujícího rozpuštěnou dibazickou sůl kyseliny kyanurové, se okyselením zředěnou minerální kyselinou vylouží volná kyselina kyanurová, zatímco kyselina ftalaminová a ftalová zůstávají v roztoku. Po homogenizaci suspenze se vyloučená sraženina oddělí filtrací a po promytí vodou se vysuší. Získá se ky-

213 855

selina kyanurová o čistotě vyšší než 99 %, která má použití při výrobě desinfekčních prostředků v podobě halogenderivátů, popřípadě ve formě meleminkyanurátu při zpracování kaučuku.

Níže uvedené příklady ilustrativně uvádějí aplikaci metody podle vynálezu na čištění kyseliny kyanurové a nejsou omezující. Metoda podle vynálezu není však omezena na tyto příklady.

#### Příklad 1

14,41 g surové kyseliny kyanurové 89,5 % (tj. 0,1 g/mol 100 %) se přidá za míchání k roztoku, připravenému ze 125 ml vody a 25 ml 10 N NaOH (0,25 g/mol). Po důkladném rozmíchání se velmi řídká suspenze vyhřeje na 50 °C. Nažloutlá sraženina přejde zcela do roztoku a tmavá jemná sraženina se odstraní filtrací (filtrační papír No 390).

Čirý roztok po ochlazení na teplotu místnosti se za míchání okyslí při teplotě maximálně 30 °C 17 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1:1 na pH = 3. Po 10 minutách vymíchání se získaná sraženina kyseliny kyanurové zfiltruje a promyje 100 ml destilované vody do nepatrné reakce na  $\text{SO}_4^{2-}$ . Po vysušení se získá 11,63 g kyseliny kyanurové o čistotě 99,6 %. Kvalita surové a přečištěné kyseliny kyanurové byla sledována chromatografií na tenké vrstvě (Silufel UV 254, mobilní fáze propanol : amoniak = 2 : 1, detekce a) ozáření UV lampou 254 nm a b) postřikem etanolického roztoku ostanu rtuťnatého a po vysušení postřikem etanolického roztoku difenylkarbazonu).

#### Příklad 2

14,15 g surové kyseliny kyanurové 91,2 % (0,1 g/mol tj. 12,9 g 100 %) se vnese za míchání do roztoku, připraveného ze 100 ml vody a 50 ml 5 N KOH (0,25 g/mol). Po dobrém rozmíchání, kdy většina sraženiny přejde do roztoku, se k reakční směsi přidá 0,05 g karborafinu a za míchání se vyhřeje na 50 °C. Sraženina kyseliny kyanurové se zcela rozpustí, klky ftalecyaninové modře a kovových nečistot zkoagulují a odstraní se filtrací. Čirý nažloutlý roztok se po ochlazení na 20 °C okyslí  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1:1 tak, aby suspenze vykazovala pH = 3 a teplota nepřestoupila 30 °C. Po 10 minutách vymíchání se bílá sraženina odsaje a promyje rozmícháním ve 100 ml destilované vody. Produkt po filtraci a vysušení má čistotu 99,2 % a výtěžek je 90 % na 100 % kyselinu kyanurovou.

### PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob čištění surové kyseliny kyanurové, obsahující jako méně rozpustné nečistoty například ftalimid, vyznačený tím, že se uvedená kyselina rozpustí v nadbytku 2,5 ekvivalentu anorganické báze, s výhodou hydroxidu alkalického kovu, vzniklá suspenze se vyhřeje na teplotu 50 °C, nerozpustný podíl se oddělí filtrací a kyselina kyanurová se vylouží z roztoku po ochlazení na 20 °C okyselením minerální kyselinou.