



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

214 175

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 15 07 80
(21) PV 4994-80

(51) Int. Cl.³ B 01 D 9/00

(40) Zveřejněno 15 09 81
(45) Vydáno 15 02 85

(75)

Autor vynálezu VRÁNA MILAN dr., ROMAN JAN ing., PARDUBICE

(54) Způsob krystalizace aminonaftolsulfokyseliny

Vynález se týká způsobu krystalizace aminonaftosulfokyseliny okyselením taveniny po tavení sodných solí příslušných výšesulfidovaných kyselin s hydroxidem sodným, což patří mezi základní technologické operace výroby meziproduktů pro organická barviva. Tento nový způsob spočívá v tom, že se krystalizace provádí kontinuálně v kaskádě za sebou zapojených 2, 3 nebo více míchaných krystalizátorů, kde do prvního je současně dávkována alkalická tavenina a zředěná kyselina, v druhém, a je-li počet členů vyšší jak 3, v druhém až předposledním členu kaskády se odstraní zbytky rozpouštěného kyslíčnicku sířičitého a v posledním se vzniklá suspenze teplotně upraví pro následující filtraci.

Vynález se týká způsobu krystalizace aminonaftosulfokyselin okyselením taveniny po tavení sodných solí příslušných výšesulfovaných kyselin s hydroxidem sodným.

Postup, kterého se vynález týká, patří mezi základní technologické operace výroby mezproduktů pro organická barviva. Alkalickým tavením trisodné soli Kochovy kyseliny se připravuje kyselina 1-amino-8-naftol-3, 6-disulfonová, alkylickým tavením sodné soli 2-amino-5, 7-naftalendisulfokyseliny se připravuje 2-amino-5-naftol-7-sulfonová kyselina. Obvykle se pracuje tak, že se alkalická tavenina vytlačuje z tavicího kotle do míchané kádě, ve které je předložena 15 až 25 % kyselina sírová. Při tomto tzv. vykyselování taveniny je udržována teplota nad 60 °C, aby bylo zajištěno plynulé uvolňování kysličníku siřičitého, vznikajícího rozkladem siřičitanu sodného, vedlejšího produktu alkalického tavení. Pro zabránění nežádoucím vedlejším reakcím je důležité, aby bylo pH udržováno pod hodnotou 3. Po napuštění celého množství taveniny jsou ze suspence vyloučené aminonaftosulfokyseliny odstraněny zbytky rozpuštěného kysličníku siřičitého zahřátím na teplotu 95 až 100 °C a udržováním této teploty po potřebnou dobu.

Násadový postup vykyselování při výrobě H-kyseliny a I-kyseliny má řadu nevýhod. Hlavní nevýhodou je nutnost stálé přítomnosti obsluhujícího pracovníka, který řídí nátok taveniny tak, aby nemohlo dojít k vypěnění obsahu kádě při předávkování vlivem rychlého uvolňování SO₂ chemickou reakcí a aby nebyla překročena požadovaná hodnota pH a nedošlo ke zhoršení kvality produktu. Krystalická forma produktu výrazně ovlivňuje filtrovatelnost výsledných suspenzí. Násadový postup přináší často zhoršenou kvalitu krystalického produktu, špatně filtrovatelného a obtížně dále zpracovatelného. Množství SO₂ uvolňovaného z reakční směsi je proměnlivé s časem. Jeho zpracování absorpcí v alkalickém roztoku se vyznačuje nízkou účinností a ztrátami v nežádoucích exhalacích z výroby.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob krystalizace aminonaftosulfokyselin z jejich alkalické taveniny podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že alkalická tavenina sodné soli aminonaftosulfokyseliny je dávkována současně se zředěnou 15 až 25 % kyselinou sírovou do prvního členu kontinuálně pracující kaskády míchaných krystalizátorů, naplněného reakční suspenzí a udržovaného případným chlazením na teplotě 60 °C. Reakční suspenze přepadá do druhého krystalizátoru kaskády, do kterého je přiváděn vzduch, inertní plyn nebo vodní pára pro odstranění zbytků rozpuštěného SO₂. V případě použití vzduchu nebo inertního plynu (například dusíku) může 2. člen pracovat při téže teplotě jako 1. člen, při použití vodní páry je teplota blízká 100 °C. Ve třetím členu kaskády je suspenze ochlazená na požadovanou teplotu pro filtraci. V případě, že následující filtrační zařízení je schopno zpracovat kontinuálně suspenzi z druhého stupně při dříve popsaných teplotách, může být kaskáda i pouze dvouступňová.

Výhodou kontinuálního provedení v kaskádě krystalizátorů je stejnoměrná kvalita krystalické aminonaftosulfokyseliny, snadné řízení procesu krystalizace s možností nasazení přístrojů automatické regulace a tím snížení potřebného dozoru obsluhy. Stejnoměrný vývoj kysličníku siřičitého umožňuje spolehlivou a dobrou účinnost zařízení pro jeho využití absorpcí v alkalickém roztoku. Výrazně se tím snižují nežádoucí exhalace a zlepšuje pracovní prostředí. Stejnoměrná kvalita krystalického produktu umožňuje nasazení automatických filtračních kalolísů.

Postup podle vynálezu je znázorněn na uvedených příkladech:

Příklad 1

Do suspence H-kyseliny v 1. členu kaskády kontinuálních míchaných krystalizátorů objemu $1,5 \text{ m}^3$ je současně dávkováno $850 \text{ kg}\cdot\text{h}^{-1}$ alkalické taveniny sodné soli 1-amino-8-naftol-3, 6-disulfokyseliny (H-kyseliny) a $1\,450 \text{ kg}\cdot\text{h}^{-1}$ 20 % kyseliny sírové. Reakční suspenze o teplotě 70°C přepadá do 2. členu kaskády objem $1,5 \text{ m}^3$, pracujícího při téže teplotě, do kterého je zaváděno $128 \text{ m}^3/\text{h}$ vzduchu nebo dusíku pro odstranění zbytků rozpuštěného SO_2 . Suspence přepadá do 3. členu, míchané kádě, ve které je ochlazena na teplotu požadovanou pro filtraci (30 až 40°C). Tímto způsobem se vyrobí $109 \text{ kg}\cdot\text{h}^{-1}$ monosodné soli H-kyseliny ve formě filtračního koláče s obsahem 50 % vlhkosti. Využije se $40 \text{ kg}\cdot\text{h}^{-1}$ SO_2 odpadajícího z výroby s účinností vyšší o 35 % proti násadovému postupu.

Příklad 2

Do suspence I-kyseliny v 1. členu kaskády míchaných krystalizátorů objemu 1 m^3 je současně dávkováno $572 \text{ kg}\cdot\text{h}^{-1}$ alkalické taveniny sodné soli 2-amino-5-naftol-7-sulfonové kyseliny (I-kyseliny) a $792 \text{ kg}\cdot\text{h}^{-1}$ 21,5 % kyseliny sírové. Teplota v krystalizátoru je udržována na 65°C . Reakční suspenze přepadá do 2. členu kaskády, ve kterém je udržována teplota 95°C pro odstranění zbytků rozpuštěného SO_2 , s výhodou s přidáváním vodní páry do suspence. Ve 3. stupni kaskády míchaných krystalizátorů je suspenze ochlazena na 60°C před filtrací.

Takto se vyrobí $126 \text{ kg}\cdot\text{h}^{-1}$ I-kyseliny ve formě 67 % filtračního koláče. Změnou krystalického tvaru se výrazně proti násadovému provedení zlepšila filtrovatelnost produktu. Účinnost absorpce SO_2 se zlepšila stejným způsobem jako v příkladu 1.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob krystalizace aminonaftolsulfokyselin z taveniny po alkalickém tavení příslušných výsesulfonovaných aminonaftallensulfokyselin s hydroxidem sodným okyselením zředěnou minerální kyselinou, vyznačující se tím, že krystalizace je prováděna kontinuálním způsobem v kaskádě za sebou zapojených 2, 3 nebo více míchaných krystalizátorů současným dávkováním alkalické taveniny a zředěné kyseliny do prvního stupně kaskády, pracujícího při teplotě minimálně 60°C , s oddělením zbytků rozpuštěného kysličníku siřičitého z reakční suspence v druhém, nebo je-li počet členů vyšší jak 3, v druhém až předposledním členu kaskády, a to zvýšením teploty na 90 až 100°C , anebo s pomocí vodní páry při teplotě nad 95°C , a nakonec případným ochlazením na požadovanou teplotu pro filtraci.