



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

196705
(11) (B1)

(22) Přihlášeno 31 03 77

(21) (PV 2128—77)

(40) Zveřejněno 31 07 79

(45) Vydáno 10 03 83

(51) Int. Cl³
C 07 C 143/29
D 06 L 3/12

(75)

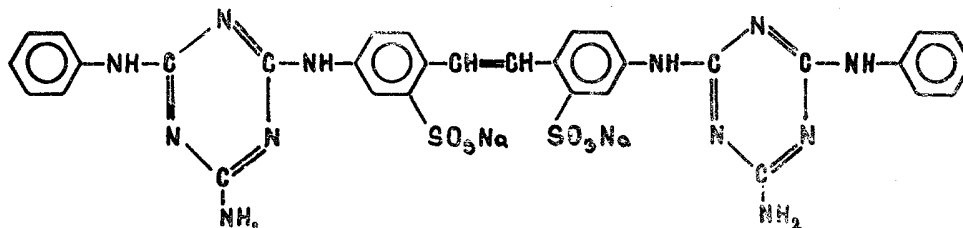
Autor vynálezu

KOTLÁN JOSEF ing., KOČÍ KAREL ing., VAVŘÍN VLADIMÍR ing.,
ZIERIS VIKTOR, PARDUBICE a NĚMEC LUDVÍK dipl. tech., RYBITVÍ

(54) Způsob izolace 4,4'- bis [(4-amino-6-anilino-s-triazin-2-yl)
- amino] - 2,2' - stilbendisulfonanu sodného

Vynález se týká způsobu izolace 4,4' - bis [(4-amino-6-anilino-s-triazin-2-yl)] amino-2,2'-stilbendisulfonanu sodného vzorce I

pustnosti přidavkem silného elektrolytu a ochlazením. Elektrolytem mohou být soli, jako chlorid sodný, síran sodný, nebo silná



vysolením, který přináší podstatné zlepšení filtrovatelnosti vyloučeného produktu, což umožňuje významnou intenzifikaci následného procesu filtrace a sušení a zlepšuje kvalitu produktu.

Sloučenina vzorce I patří mezi opticky zjasňující látky.

Je kondenzačním produktem kyanurchloridu, 4,4'-diaminostilben-2,2'-disulfokyseliny, čpavku a anilinu. Používá se v textilním a potravinářském průmyslu.

Vyrábí se třístupňovou kondenzací, po níž se vyloučí z roztoku ve formě tuhé fáze, odfiltruje, usuší a po mísírenské úpravě expeduje jako zboží.

Technologie vyloučení sloučeniny vzorce I z roztoku je založena na snížení její roz-

puštění přidavkem silného elektrolytu a ochlazením. Elektrolytem mohou být soli, jako chlorid sodný, síran sodný, nebo silná

Podle známého postupu se vysolení sloučeniny vzorce I provádí z jejího mírně alkalického roztoku (pH 7 až 10), přečištěného v předchozím stupni výroby filtrací s aktivním uhlím. Takto získaný roztok se průtočně chladí na teplotu 50 až 60 °C a přivádí do nádoby s předloženou směsí ledu a chloridu sodného. Za míchání se v této nádobě vylučuje sloučenina vzorce I jako jemná světle žlutá sraženina. Teplota při vysolování je max. 35 °C. Vzniklá suspenze se vymíchá,

filtruje na rámových kalolisech a suší na rozprašovací sušárně.

Popsaný postup vysolení poskytuje suspenzi sloučeniny vzorce I se značně proměnnou filtrovatelností, takže v důsledku toho i výsledná vlhkost pasty z kalolisu se mění v rozmezí 67 až 75 hmot. %. Vydatnost usušeného produktu je v rozmezí 60 až 90/100. Toto spolu se značnou stlačitelností filtračního koláče silně omezuje možnosti intenzifikace výroby na úseku filtrace a sušení opatřeními neinvestičního charakteru.

Byly provedeny zkoušky filtrace suspenze produktu na automatickém komorovém kalolisu, které však nepřinesly zlepšení oproti dosavadnímu stavu, s výjimkou mechanizace procesu filtrace. Získaná pasta měla vlhkost v rozmezí 67 až 75 hmot. %, vydatnost usušeného produktu byla v rozmezí 60 až 70/100. Výkonnost filtrace kolísala v rozmezí 40 až 80 kg suchého produktu za hodinu, tj. ca 57 až 135 kg . h⁻¹ produktu v síle typu.

Zlepšení popsaného stavu předpokládá zdokonalení procesu vysolování produktu. Popsaný postup je nevýhodný, protože při něm dochází k enormnímu přesycení roztoku, což vede k tvorbě jemných krystalů. Pokusy o zlepšení krystalové formy byly až dosud neúspěšné. Při vysolování produktu z jeho roztoku přidavkem soli docházelo k vylučování tuhé fáze v amorfní formě. Vyloučené vločky a klky se spojovaly na chuchvalce a hroudy, popřípadě pevně ulpívaly na míchadle.

Uvedené nedostatky odstraňuje způsob izolace sloučeniny vzorce I podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že se do roztoku opticky zjasňující sloučeniny I za míchání postupně vnáší pevný chlorid sodný v celkovém množství 0,03 až 0,30 kg na 1 kg výchozího roztoku, přičemž nejméně 20 hmot. % z celkového množství chloridu sod-

ného se vnáší za teploty reakční směsi 45 až 80 °C, po skončení dávkování se reakční směs ochladí na teplotu 10 až 40 °C a vyloučená pevná sloučenina vzorce I se oddělí od kapalné fáze.

Výhodou způsobu izolace podle vynálezu je především výrazné zlepšení filtrovatelnosti vzniklé suspenze, dané hrubší strukturou produktu. Na tuto skutečnost navazuje další výhoda, spočívající v omezení kolísání kvality produktu při celkové vyšší síle.

Pro bližší objasnění podstaty vynálezu je dále uveden příklad provedení.

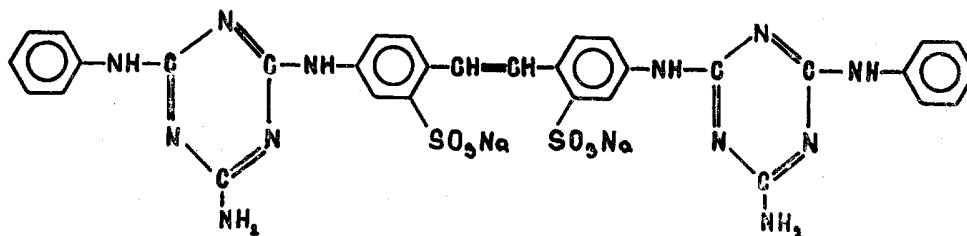
Příklad:

Roztok sloučeniny vzorce I, připravený známým způsobem třístupňovou kondenzací z kyanurchloridu, kyseliny 4,4'-diaminostilben-2,2'-disulfonové, anilinu a amoniaku, který byl podroben klerální filtraci při pH 8,5, byl předložen při teplotě 58 °C v množství 950 kg s obsahem cca 13 hmot. % sloučeniny vzorce I do míchací nádoby.

Vysolování bylo prováděno za míchání přidavkem chloridu sodného (vakuová sůl), který byl přidáván nejprve v deseti dávkách po 4 kg v intervalech cca 3 minuty. Potom bylo přidáno jednorázově 40 kg chloridu sodného (celkem 40 % z celkového množství chloridu sodného). Potom byla suspenze za míchání ochlazena přidavkem ledu na teplotu 30 °C a vysolení bylo dokončeno přidavkem 120 kg chloridu sodného. Po půlhodinovém vymíchání byla suspenze zfiltrována na automatickém komorovém kalolisu. Byla získána pasta v množství 223 kg o průměrné vlhkosti 42 hmot. %, vydatnost vysušeného produktu byla 43 až 47/100 při dodržení ostatních parametrů kvality. Výkonnost filtrace byla v rozmezí 135 až 155 kg sušiny za hodinu, tj. cca 290 až 334 kg . h⁻¹ produktu v síle typu.

Předmět vynálezu

Způsob izolace 4,4'-bis [(4-amino-6-anilino-s-triazin-2-yl)amino] 2,2'-stilbendisulfonanu sodného vzorce I



z jeho roztoku o pH 7 až 10, vzniklého po jeho syntéze z kyanurchloridu, 4,4'-diaminostilben-2,2'-disulfonové kyseliny, amoniaku, a anilinu, popřípadě přefiltrovaného za přidavku aktivního uhlí, vysolením chloridem sodným, vyznačující se tím, že do roztoku sloučeniny vzorce I se za míchání postupně

vnáší pevný chlorid sodný v celkovém množství 0,03 až 0,30 kg na 1 kg výchozího roztoku, přičemž nejméně 20 hmot. % z celko-

vého množství chloridu sodného se vnáší za teploty reakční směsi 45 až 80 °C, po skončení dávkování se reakční směs ochladí na teplotu 10 až 40 °C a vyloučený pevný opticky zjasňovací prostředek vzorce I se oddělí od kapalné fáze.