

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

267 298

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁴
C 07 C 50/18

(21) PV 4508-88.U

(22) Přihlášeno 27 06 88

(40) Zveřejněno 12 05 89

(45) Vydáno 1.10.1990

(75)
Autor vynálezu

MALÍK MILOŠ ing., VALAŠSKÉ MEZIRŘÍČÍ,
DOHNAL JIŘÍ, OTROKOVICE

Způsob desublimace a separace 9,10-antrachinonu

(54)

(57) Řeší se způsob desublimace a separace 9,10-antrachinonu z reakčních plynů, vznikajících katalytickou oxidací antracenu. Jeho podstata je, že se reakční plyny o teplotě 230 až 250 °C vedou do desublimačního směšovače, ve kterém se postupně na 1 hmotnostní díl reakčního plynu přimísí 1,3 až 3,5 hmotnostních dílů chladicího vzduchu o teplotě - 10 až + 60 °C. Následně se ze směsi při teplotě 80 až 120 °C filtrací separuje desublimovaný 9,10-antrachinon.

Vynález řeší způsob desublimace a separace 9,10-antrachinonu z reakčních plynů, vznikajících katalytickou oxidací antracenu, tenzně odpařovaného do proudu vodní páry, na pevném katalyzátorovém loži v adiabaticky řízeném reaktoru.

9,10-antrachinon slouží jako výchozí látka pro syntézy vysoce jakostních barviv, proto je kladen vysoký důraz na jeho čistotu, požaduje se obsah nejméně 99 % hmotnostních účinné složky. 9,10-antrachinon se vyrábí především katalytickou oxidací antracenu vzduchem. Selektivita oxidační reakce závisí na použitém postupu, katalyzátoru i zařízení, vždy však vznikají ve větší či menší míře vedlejší organické reakční zplodiny. Obsah nežádoucích látek v reakčních zplodinách ovlivňuje výrazným způsobem rovněž čistota použitého antracenu a způsob jeho převedení do paro-plynné směsi se vzduchem. Na konečný efekt z výroby 1,4-antrachinonu má proto zásadní vliv použitý způsob získávání produktu z parní fáze, neboť může významně ovlivnit jak výtěžnost produktu, tak i jeho kvalitu. Dosud se používají nebo jsou alespoň v literatuře popsány tři principiálně odlišné způsoby izolace 9,10-antrachinonu z paro-plynné směsi. Je to především prostá desublimace, dále desublimace na granulovaném antrachinonu a konečně vypírání reakčních plynů směsí suspendovaného antrachinonu ve vodě. Základní princip prosté frakční desublimace popisují britské patenty 173 723 a 173 789, švýcarský patent 346 207 využívá k ochlazení kontaktních plynů výparného tepla vodní mlhy. Československý patent 110 142 zlepšuje klasickou desublimaci o cirkulaci nekvalitního produktu. Jsou známy rovněž pokusy s využitím transpiračního krystalizátoru k desublimační separaci 9,10-antrachinonu /československé AO 204 675/. Klasickou frakční desublimací lze získat kvalitní produkt, výtěžnost je však nízká, protože odpadá značné množství produktu s nízkým

obsahem 9,10-antrachinonu. Postupy využívající k ochlazení rozstříkované vody dosahují vysokých výtěžků produktu, ten je však znečištěn kyselinou ftalovou natolik, že je pro barvářské účely nepoužitelný. Ostatní popsané metody získávání 9,10-antrachinonu z plynné fáze se pro svoji složitost a přílišnou aparaturní náročnost v průmyslové praxi zatím neuplatnily.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob desublimace a separace 9,10-antrachinonu z reakčních plynů podle vynálezu. Jeho podstatou je, že se reakční plyny o teplotě 230 až 250 °C vedou do desublimačního směšovače, ve kterém se postupně na 1 hmotnostní díl reakčního plynu přimísí 1,3 až 3,5 hmotnostních dílů chladičího vzduchu o teplotě -10 až +60 °C. Následně se ze směsi v navazujícím odlučovacím zařízení při teplotě 80 až 120 °C filtrační separuje desublimovaný 9,10-antrachinon.

Využití způsobu desublimace a separace 9,10-antrachinonu z reakčních plynů podle vynálezu umožňuje získat produkt v optimálním výtěžku při dodržení obsahu účinné složky nejméně 99 % hmotnostních. Postup využívá skutečnosti, že tenzní odpařování antracenu a jeho následná selektivní oxidace na pevném katalyzátorovém loži v adiabaticky řízeném reaktoru umožňuje získat reakční produkt, který po totální kondenzaci a vysušení obsahuje při čerstvém katalyzátoru nad 99 % hmotnostních 9,10-antrachinonu s tím, že ke konci produkčního období katalyzátoru obsah 9,10-antrachinonu neklesá pod 97 % hmotnostních. Charakteristické je, že obsah nezreagovaného antracenu se pohybuje od 0,1 do 0,3 % hmotnostních a že hlavní nečistotou v produktu je ftalanhydrid. Při desublimaci a separaci produktu provedené způsobem podle vynálezu se vyloučí prakticky veškerý přítomný 9,10-antrachinon, zatímco ftalanhydrid a další lehčí zplodiny zůstávají převážně v parách a odcházejí s odpadním plynem. Regenerace filtrů se provádí zpětným profukem v automatickém cyklu a stěny zařízení jsou otápěny, takže odpadá namáhavé čištění zařízení, nezanedbatelné jsou i ekologické výhody postupu.

Praktické provedení způsobu desublimace a separace 9,10-antracenu z reakčních plynů podle vynálezu v aplikaci u výrobní jednotky s kapacitou 2 650 t 9,10-antrachinonu za rok je uvede-

no v následujícím příkladě.

267 298

Z konverze se po výměně tepla odvádí 14 766 kg/hod reakčních plynů, z toho 370,8 kg/hod 9,10-antrachinonu, 5,2 kg/hod ftalanhydridu, 0,9 kg/hod antracenu a 2,9 kg/hod ostatních nečistot při teplotě 240 °C do desublimačního směšovače, kde se postupně mísí s cca 32 000 kg/hod chladicího vzduchu tak, aby teplota po smísení činila 110 ± 3 °C. Při této teplotě se filtrací v šesti-komorovém rukávcovém filtru separuje v množství 363 kg za hodinu produkt, který obsahuje 99,1 % hmotnostních 9,10-antrachinonu, 0,2 % hmotnostní antracenu, 0,3 % hmotnostní ftalanhydridu a 0,4 % hmotnostních ostatních příměsí. Odpadní plyn odcházející z rukávcového filtru odnáší 10,9 kg/hod 9,10-antrachinonu a 5,9 kg/hod ostatních organických reakčních zplodin, zejména ftalanhydrid. Organické látky se z něj vypírají vodou a separují se na pásovém filtru v podobě pasty.

P R E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob desublimace a separace 9,10-antrachinonu z reakčních plynů, vznikajících katalytickou oxidací antracenu, tenzně odpařovaného do proudu vodní páry, na pevném katalyzátorovém loži v adiabaticky řízeném reaktoru, vyznačující se tím, že se reakční plyny o teplotě 230 až 250 °C vedou do desublimačního směšovače, ve kterém se na 1 hmotnostní díl reakčního plynu postupně přimísí 1,3 až 3,5 hmotnostních dílů chladicího vzduchu o teplotě -10 až +60 °C, načež se při teplotě 80 až 120 °C ze směsi filtrací separuje desublimovaný 9,10-antrachinon.