



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

209 588

(11) (B 1)

(61)

(23) Výstavná priorita

(22) Prihlášené 06 05 80

(21) PV 3237-80

(51) Int. Cl.³ C 07 C 109/C

(40) Zverejnené 27 02 81

(45) Vydané 15 02 82

(75) POÓR RÓBERT ing. CSc.
Autor vynálezu HOLKA VOJTECH
SVITEK IMRICH ing.
KOPINIČ VLADIMÍR ing.
LEŠKA ŠTEFAN, BRATISLAVA

(54) Spôsob získania fenylyldrazín hydrochloridu z odpadného roztoku po filtrácii suspenzie fenylyldrazín hydrochloridu

Spôsob získania fenylyldrazín hydrochloridu z odpadného roztoku po filtrácii suspenzie fenylyldrazín hydrochloridu vyznačujúci sa tým, že sa do odpadného roztoku získaného po filtrácii suspenzie fenylyldrazín hydrochloridu, nasýteného anorganickými soľami a rozpusteným fenylyldrazín hydrochloridom, pridá pri teplote 5 až 40 °C za miešania alkalický hydroxid, alebo jeho vodný roztok, pričom sa neutralizuje rozpustený fenylyldrazín hydrochlorid až po dosiahnutie pH 6,5 až 7,5 a reakciou vznikajúci fenylyldrazín sa po ochladení na teplotu +5 až +20 °C izoluje z odpadného roztoku filtráciou s výhodou, i premývaním vodou a ďalej sa odyselí kyselinou chlorovodíkovou.

Vynález sa týka spôsobu získania fenylyldrazín hydrochloridu z odpadného roztoku po filtrácii suspenzie fenylyldrazín hydrochloridu, pričom sa do odpadného roztoku pridá alkalický hydroxid a vykryštalizuje fenylyldrazín, ktorý sa izoluje filtráciou a okyselením kyselinou chlorovodíkovou a prevedie na fenylyldrazín hydrochlorid.

Fenylyldrazín hydrochlorid sa vyrába hydrolyzou fenylyldrazínindisulfonátu sodného minerálnou kyselinou. V ďalšom technologickom stupni sa po ochladení a nasýtení roztoku z reakčnej zmesi vykryštalizuje fenylyldrazín hydrochlorid, ktorý sa izoluje filtráciou reakčnej zmesi. Odfiltrovaný kryštalický fenylyldrazín sa ďalej spracúva na prípravu roznych zlúčenín.

Filtrát získaný po izolácii fenylyldrazín hydrochloridu sa podľa potreby riedi vodou a bez ďalšej možnosti zúžitkovania odteká vo forme odpadných vôd.

Po filtrácii kryštalickej suspenzie fenylyldrazín hydrochloridu odteká odpadný filtrát s priemerným obsahom 0,03 až 12 g/l fenylyldrazín hydrochloridu v závislosti od spôsobu vedenia technológie výroby fenylyldrazín hydrochloridu i v závislosti od stupňa nasýtenia roztoku suspenzie fenylyldrazín hydrochloridu pred jej filtráciou soľami NaCl, NaHSO₄. Na množstvo rozpusteného fenylyldrazín hydrochloridu vplyva i teplota a pH roztoku.

Uvedené nevýhody odstraňuje spôsob získania fenylyldrazín hydrochloridu z odpadného roztoku po filtrácii jeho suspenzie podľa vynálezu, ktorého podstatou je, že sa do odpadného roztoku, získaného po filtrácii suspenzie fenylyldrazín hydrochloridu nasýteného anorganickými soľami a fenylyldrazín hydrochloridom pridá za miešania alkalický hydroxid, alebo jeho vodný roztok, pričom sa neutralizuje rozpustený fenylyldrazín hydrochlorid až po dosiahnutie pH 6,5 až 7,5.

Pridávanie alkalického hydroxidu sa uskutočňuje pri teplote +5 až +40 °C za miešania.

Z alkalických hydroxidov sa dá použiť hydroxid sodný, draselný, ale i hydroxid amónny. S výhodou sa použije hydroxid sodný vo forme vodného roztoku.

Rozpustený fenylyldrazín hydrochlorid sa alkalickým hydroxidom neutralizuje a prechádza na fenylyldrazín, ktorý je vo vodnom roztoku nerozpustný a kryštalizuje.

Vykryštalizovaný fenylyldrazín sa odliltruje, pričom sa získa fenylyldrazín a odpadný filtrát. Pretože pri filtrácii fenylyldrazín hydrochloridu sa získava filtrát obsahujúci okrem rozpusteného fenylyldrazínu i anorganické soli, ako napr. NaCl, Na₂HSO₄, Na₂SO₃, NaHSO₃, prípadne i voľnú HCl, je výhodné po neutralizácii rozpusteného fenylyldrazín hydrochloridu alkalickým hydroxidom vzniknutý a odfiltrovaný fenylyldrazín v kryštalickej forme premývať vodou s cieľom odstrániť uvedené soli z fenylyldrazínu. Uvedeným postupom sa získa fenylyldrazín, zbavený od anorganických solí, ktorý sa v ďalšom stupni rozpúšťa

v kyseline chlorovodíkovej za vzniku roztoku fenyhydrazín hydrochloridu. Filtrát získaný po filtrovaní fenyhydrazínu sa ďalej nespracúva.

Príklad 1

V 2-litrovej kádinke sa 1000 ml matečného roztoku po filtrácii suspenzie fenyhydrazín hydrochloridu pomaly za miešania neutralizuje 43 % hmot. roztokom NaOH tak, aby teplota reakčnej zmesi neprekročila 30 °C. Celkove sa pridá 150 až 160 ml 43 % hmot. NaOH, kým sa nedosiahne pH 7,5. Po dosiahnutí neutrálnej reakcie sa z reakčnej zmesi vylučujú kryštálky fenyhydrazínu, pričom sa nápadne zmení zafarbenie roztoku /naružovalá farba prechádza v hnedozelené sfarbenie/. Po cca 10 minútach kryštalizácie kryštály fenyhydrazínu rýchle sedimentujú. Získaný podiel kryštalickej suspenzie sa odfiltruje cez odsávačku, premyje 100 ml destilovanej vody a získaný koláč fenyhydrazínu sa prevedie na vodný roztok fenyhydrazín hydrochloridu tak, že do 500 ml kádinky sa predloží 190 ml vody a 10 ml 32 % HCl. Predloha sa predohreje na 40 °C a potom sa za miešania rozpustí fenyhydrazín na vodný roztok fenyhydrazín hydrochloridu.

200 ml vodný roztok o hustote 1,020 kg/m³ má obsah 0,035 % hmot. fenyhydrazín hydrochloridu, čo zodpovedá koncentrácii 7 g/l.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob získania fenyhydrazín hydrochloridu z odpadného roztoku po filtrácii suspenzie fenyhydrazín hydrochloridu vyznačujúci sa tým, že sa do odpadného roztoku získaného po filtrácii suspenzie fenyhydrazín hydrochloridu, nasýteného anorganickými soľami a rozpusteným fenyhydrazín hydrochloridom, pridá pri teplote 5 až 40 °C za miešania alkalický hydroxid, alebo jeho vodný roztok, pričom sa neutralizuje rozpustený fenyhydrazín hydrochlorid až po dosiahnutí pH 6,5 až 7,5 a reakciou vznikajúci fenyhydrazín sa po ochladení na teplotu +5 až +20 °C izoluje z odpadného roztoku filtráciou s výhodou, i premývaním vodou a ďalej sa okyselí kyselinou chlorovodíkovou.