



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

206999
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 07 C 50/18

(22) Přihlášeno 01 11 79
(21) (PV 7433-79)

(40) Zveřejněno 15 09 80

(45) Vydáno 15 08 83

(75)
Autor vynálezu

VRÁNA MILAN RNDr., PARDUBICE a SÖHNEL OTAKAR ing. CSc.,
ÚSTÍ NAD LABEM

(54) Způsob přípravy solí antrachinon-1-sulfokyselin

Vynález se týká způsobu srážení antrachinon-1-sulfokyselin z vodných kyselých roztoků ve formě její sodné, draselné nebo amonné soli nebo jejich směsi.

Antrachinon-1-sulfokyselina jako sodná, draselná nebo amonná sůl je důležitým meziproduktem pro výrobu 1-aminoantrachinonu, kyseliny bromaminové a některých důležitých organických barviv. Vyrábí se sulfonací antrachinonu, přičemž výsledná reakční směs obsahuje významný podíl 2-sulfokyselin a 1,5- a 1,8-disulfokyselin (8 až 9 % hmot. a 12 až 15 % hmot. z obsahu sulfokyselin). Po zředění reakční směsi a odfiltrování vyloučeného antrachinonu se roztok sráží přidávkou koncentrovaného roztoku chloridu sodného, draselného nebo amonného. Srážení, nazývané v tomto případě také vysolování, je prováděno obvykle v míchacích krystalizátorech velkého objemu. Teplota při vysolování se pohybuje v rozmezí 40 až 85 °C a je udržována neměnná v průběhu srážení. Vzniklá suspenze je v dalším odfiltrována a promyta na filtru.

Pro dobré oddělení nežádoucích sulfokyselin a získání antrachinon-1-sulfonanu vyhovující čistoty je důležité, aby byl získán v dobře filtrovatelné a promývatelné formě. Blátivý filtrační koláč velmi jemných krystalů zadržuje velké množství filtrátu s vysol-

kým obsahem 2-sulfonanu a disulfonanů, jejichž vymytí je málo účinné, trvá dlouho a snižuje celkový výtěžek procesu. Navíc použití moderních kontinuálních nebo polokontinuálních filtrů je za těchto podmínek vyloučeno.

Ke vzniku jemného a špatně filtrovatelného antrachinon-1-sulfonanu diskontinuálním srážením dochází při vyšších rychlostech srážení, při vysolování vychladlé násady, ve které část 1-sulfonanu již vykristalovala, při srážení bez míchání, eventuálně při velmi účinném míchání, při použití výchozího roztoku obsahujícího nezreagovaný antrachinon, při vysolování použitím suspenze soli nebo pevnou solí. Dlouhé stání suspenze před filtrací, její ochlazení nebo čerpání vede rovněž ke zhoršení filtrovatelnosti a současně k vyššímu obsahu 2-sulfonanu a disulfonanů v produktu.

Při diskontinuálním provedení srážení v provozních násadách o objemu 10 až 20 m³ je udržení výhodných podmínek pro srážení velmi obtížné. I při velmi pečlivé a svědomité práci obsluhy dochází často ke vzniku špatně filtrovatelných suspenzí, což má za následek neúměrně dlouhé doby filtrace a promývání, špatnou kvalitu produktu a nízké výtěžky. Vyrobený antrachinon-1-sulfonan obsahuje až 5 % 2-isomeru a jeho použití pro další

zpracování na kyselinu bromaminovou a organická barviva je vyloučeno.

Podstatně výhodnějším se jeví způsob přípravy solí antrachinon-1-sulfokyseliny podle předkládaného vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že do vodné suspenze solí antrachinon-1-sulfokyseliny se při střední době zdržení 5 až 120 minut kontinuálně za míchání přivádí vodný roztok chloridu sodného a/nebo draselného a/nebo amonného a vodný roztok antrachinon-1-sulfokyseliny, přičemž sůl antrachinon-1-sulfokyseliny se izoluje ze suspenze bez prodlžení filtrací.

Postup srážení podle tohoto vynálezu odstraňuje nedostatky diskontinuálního procesu a zajišťuje přípravu antrachinon-1-sulfonanu sodného, draselného nebo amonného s vysokým výtěžkem, velmi nízkým obsahem 2-isomeru, výhodnými filtračními vlastnostmi výsledné suspenze a jednotnou a časově neproměnnou kvalitou produktu. Zlepšení filtrovatelnosti umožňuje okamžitou filtraci odebírané suspenze, takže se zabrání vychladnutí suspenze před filtrací a tím i zhoršení vlastností výsledného produktu. Řízení procesu je jednoduché a spočívá v udržování nátok komponent do reaktoru a odebrání suspenze pro filtraci.

Podle vynálezu je srážení prováděno současným přidáváním koncentrovaného roztoku chloridu sodného, draselného nebo amonného (po případě roztoku dvou nebo všech tří těchto solí) a vodného roztoku antrachinon-1-sulfokyseliny, získaného zředěním sulfonační směsi do suspenze antrachinon-1-sulfonanu sodného, draselného nebo amonného nebo do jejich směsi v kontinuálním míchaném reaktoru. Suspenze antrachinon-1-sulfonanu je při teplotě vyšší než 35 až 40 °C kontinuálně odváděna z reaktoru na filtr. Střední doba zdržení reakční směsi v reaktoru je 5 až 120 minut, s výhodou 30 minut a určuje nejen

filtrační vlastnosti získané suspenze, ale i výťažek reakce a obsah nečistot ve výsledném produktu.

Provedení kontinuálního srážení antrachinon-1-sulfonanů podle tohoto vynálezu je patrné z následujících příkladů provedení:

Příklad 1

Do reaktoru o objemu 2 m³, který je opatřen kotvovým míchadlem se 100 otáčkami za minutu je současně uváděn roztok antrachinon-1-sulfokyseliny o hustotě 1100 kg/m³ a 25 % roztok NaCl ve hmotnostním poměru 10 : 1 úhrnnou rychlostí 77 kg/min. Roztok antrachinon-1-sulfokyseliny je dávkován 65 °C teplý, zatímco roztok NaCl má teplotu okolo 25 °C. Roztoky jsou uváděny nad hladinu suspenze v reaktoru oddělenými přívody, které jsou umístěny co možná nejdále od sebe. Po 4 hodinách od zahájení dávkování, kdy dojde již k ustálení chodu reaktoru, dostáváme suspenzi s filtračním odporem cca 0,6.10¹³ m/kg, s obsahem do 0,5 % 2-isomeru a jen stop disulfonanů v pevné fázi.

Příklad 2

Do reaktoru jako v příkladě 1 je současně kontinuálně dávkován roztok antrachinon-1-sulfokyseliny vyhřátý na 65 °C a 25 % roztok NH₄Cl rychlostí 110 a 11 kg/min. Po ustálení chodu reaktoru, tj. asi po 3 hodinách, má produkovaná suspenze filtrační odpor max. 0,3.10¹³ m/kg.

Příklad 3

Do reaktoru jako v příkladě 1 je současně uváděno 150 kg/min roztoku antrachinon-1-sulfonové kyseliny 50 °C teplé a 15 kg/min 25 % roztoku KCl. Po 2 hodinách od začátku operace dostáváme suspenzi antrachinon-1-sulfonanu draselného a filtračním odporem menším než 1.10¹³ m/kg.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy solí antrachinon-1-sulfokyseliny, vyznačený tím, že do vodné suspenze solí antrachinon-1-sulfokyseliny se při střední době zdržení 5 až 120 minut kontinuálně za míchání přivádí vodný roztok chlo-

ridu sodného a/nebo draselného a/nebo amonného a vodný roztok antrachinon-1-sulfokyseliny, přičemž sůl antrachinon-1-sulfokyseliny se izoluje ze suspenze bez prodlžení filtrací.