



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

208099
(11) (B1)

(22) Přihlášeno 18 04 80
(21) (PV 2735-80)

(40) Zveřejněno 28 11 80

(45) Vydáno 01 12 82

(51) Int. Cl.³
C 09 B 1/48
C 07 C 87/64

(75)

Autor vynálezu

KUDLÁČEK VLADIMÍR ing., PARDUBICE

(54) Způsob separace 1,1'-diamino-4,4'-dianthrimidu z reakční směsi po redukci

Vynález se týká způsobu separace 1,1'-diamino-4,4'-dianthrimidu z reakční směsi po redukci.

1,1'-diamino-4,4'-dianthrimid se získává redukcí příslušného nitroderivátu siričkem sodným, glukózou a jinými redukcujícími cukry. Separace produktu z reakční směsi je nejužším článkem výroby vzhledem k tomu, že částice produktu jsou nepatrných velikostí, i pod 1 μm , a při filtraci pronikají filtrační přepážkou. Čirý filtrát se získá po stabilizaci filtrační přepážky, případně až po vytvoření určité výšky filtračního koláče, fungující jako účinná filtrační vrstva z částic samotného produktu. Nelze vyloučit i negativní vliv koloidní síry na proces filtrace.

Ve snaze zvětšit velikost částic 1,1'-diamino-4,4'-dianthrimidu se provádí podle dosavadního výrobního postupu ochlazení reakční směsi po redukci na 25 až 35 °C a po určité době stání nebo míchání se reakční směs transportuje do filtračního zařízení k filtraci. Promývání filtračního koláče do neutrální reakce se provádí vodou o teplotě 50 °C.

Nevýhodou dosavadního způsobu je pomalý průběh filtrace a neúnosně dlouhá doba, potřebná k promývání filtračního koláče. Filtrace a promývání se tak stává úzkým článkem výroby a při požadavku zvýšené kapacity nebo získání produktu v kratším časovém úseku je nutno přikročit ke

zvětšení plochy filtračního zařízení např. zařazením dalšího kalolisu.

Další nevýhodou dosavadního způsobu separace suspenze 1,1'-diamino-4,4'-dianthrimidu je vysoká alkalita suspenze, obsahující značné množství hydroxidu sodného, vzniklého v průběhu redukce hydrolyzou siričku sodného. K promytí filtračního koláče je pak zapotřebí značného množství promývacích vod, což se nepříznivě promítá v dlouhé době promývání, blokování filtračního zařízení a tím v prodražování výroby. Další nevýhodou je vznik velkého množství odpadních promývacích vod.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob separace 1,1'-diamino-4,4'-dianthrimidu z reakční směsi po redukci nitroderivátu siričkem sodným nebo glukózou filtrací podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že se suspenze reakční směsi popřípadě upravená na pH 7,5 až 8,5 přidávkem minerální kyseliny neprodleně podrobí filtraci při teplotě 70 až 95 °C.

Podstata vynálezu vychází ze zjištění, že pro zlepšení filtrovatelnosti není třeba reakční směs chladit nebo jakkoliv prodlužovat dobu před filtrací, nýbrž právě naopak, filtrovat a promývat neprodleně po redukci a při co nejvyšší teplotě, např. 70 až 95 °C, neboť při této teplotě nedochází k žádným kvalitativním změnám ani ztrátám pro-

208 099

duktu. Pro filtraci při této poměrně vysoké teplotě se doporučuje použít kalosisů s deskami a rámy z vhodných umělých hmot, např. z polypropylenu nebo ještě lépe takových filtračních zařízení, která mají plášť pro temperaci vodní parou na požadovanou teplotu, např. automatických tlakových filtrů.

Otupením alkality reakční směsi zředěnou kyselinou sírovou na pH 7,5 až 8,5 před filtrací se pronikavě snižuje spotřeba promývacích vod k promytí filtračního koláče, což se pozitivně projevuje v podstatném zkrácení cyklu filtrace a promývání a tím v podstatném zvýšení kapacity výroby.

Dále jsou uvedeny příklady 1 až 3 dokládající vliv teploty, pH a doby prodlení suspenze na filtraci, prováděné způsobem podle tohoto vynálezu.

Příklad 1

250 g vodně-alkalické suspenze 1,1'-diamino-4,4'-dianthrimidu bylo předloženo do tlakové nerezové nuče obsahu 1 litr a po hermetizaci bylo filtrováno při teplotě 85 °C tlakem vzduchu 0,2 MPa. Jako filtrační přepážky bylo použito polypropylenové plachetky PP 12867. Výsledky filtrací jednotlivých suspenzí lišících se „stářím“ suspenze jsou uvedeny v níže uvedené tabulce I. Z výsledků vyplývá negativní vliv „stárnutí“ suspenze na rychlost filtrace.

Tabulka I

Vliv prodlevy na rychlost filtrace u vodně-alkalické suspenze 1,1'-diamino-4,4'-dianthrimidu.

| Hmotnost filtrátu G_F (kg/m ²) | Doba filtrace v min | | | |
|---|---------------------|-------------|--------------|--------------|
| | τ_F 0,5 | τ_F 96 | τ_F 101 | τ_F 120 |
| 50 | 5,5 | 6,0 | 7,5 | 9,0 |
| 100 | 15,0 | 18,5 | 20,5 | 22,0 |
| 150 | 24,5 | 33,0 | 34,0 | 35,5 |
| 200 | 34,0 | 44,5 | 47,0 | 49,0 |
| 250 | 43,5 | 56,5 | 60,0 | 63,0 |

Index F 0,5 = filtrace suspenze 0,5 h po skončené redukci,

F 96 = filtrace suspenze 96 h po skončené redukci,

F 101 = filtrace suspenze 101 h po skončené redukci,

F 120 = filtrace suspenze 120 h po skončené redukci.

Příklad 2

Pracovní postup a aparatura stejné jako v příkladu 1. Filtrace byla provedena jednak při 30 °C a promývání koláče při 50 °C, u druhé serie pokusů filtrace při 80 °C a promývání rovněž při 80 °C. Výsledky uvedené v tabulce II ukazují na významné urychlení filtrace při zvýšení teploty na 80 °C.

Tabulka II

| Filtrát kg/m ² | Doba filtrace a promývání (min.) | |
|------------------------------|----------------------------------|----------------------|
| | při teplotě 30 až 50 °C | při teplotě 80 °C |
| 100 | 60 | 27 |
| 200 | 90 | 53 |
| 300 | 136 | 69 |
| 600 | 182 | 105 |

Příklad 3

Pracovní postup a aparatura shodné s příkladem 1 s tím rozdílem, že u pokusu A byla před filtrací přidána k suspenzi zředěná H₂SO₄ 1 : 1 v takovém množství, aby výsledné pH suspenze činilo 8,5. Výsledkem je podstatné snížení množství promývacích vod a doby promývání (tabulka III). Za těchto podmínek nedochází k uvolňování sirovdíku.

Tabulka III

| Pokus | Filtrát (g) | Doba filtra- ce (min) | Doba promý- vání (min) | Promýv. voda (g) | Pozn. |
|-------|----------------|-----------------------------|------------------------------|------------------------|---|
| A | 150 | 3,3 | 50,8 | 1050 | Přídavek H ₂ SO ₄ 1 : 1 10 g |
| B | 150 | 4,2 | 91,0 | 1685 | Bez přídavku H ₂ SO ₄ 1 : 1 |

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob separace 1,1'-diamino-4,4'-dianthrimidu z reakční směsi po redukci nitroderivátu siričkem sodným, glukózou nebo jinými redukujícími cukry filtrací, vyznačený tím, že se suspenze reakční směsi, popřípadě upravená na pH 7,5 až 8,5 přídavkem minerální kyseliny, neprodleně podrobí filtraci při teplotě 70 až 95 °C.