



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU

## K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

# 206 879

(11) (B 1)

(61)

(23) Výstavní priorita  
(22) Přihlášeno 15 06 79  
(21) PV 4130-79

(51) Int. Cl.<sup>3</sup> C 09 B 43/12  
C 09 B 43/14  
C 07 C 63/68

(40) Zveřejněno 15 09 80  
(45) Vydáno 15 02 84

(75)

Autor vynálezu

ŠTĚPÁNEK ZDENĚK ing., PARDUBICE, PSCHIEDT JIŘÍ ing., BOHDANEČ  
a JANDA FRANTIŠEK ing., PARDUBICE

(54)

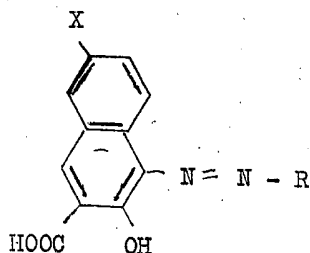
Způsob regenerace rozpouštědel

1

Vynález se týká regenerace rozpouštědel odpadajících při přípravě chloridů karboxylových kyselin monoazobarviv, které slouží jako meziprodukty pro syntézu vysoce stálých organických pigmentů.

Chloridace se provádí v prostředí bezvodého rozpouštědla, přičemž jsou k tomuto účelu zvláště vhodné aromatické uhlovodíky jako je benzen, toluen, nebo chlorované aromatické uhlovodíky jako je chlorbenzen, o-dichlorbenzen, chlortoluen, nebo trichlorbenzen. Použít lze též parafinické a cykloparafinické uhlovodíky nebo jejich chlorderiváty, nitrolátky jako je například nitrobenzen a o-nitrotoluen.

Monoazobarviva obecného vzorce (I)



(I),

kde X značí atom vodíku, chloru, bromu, methyl, ethyl, methoxy, ethoxy, nebo nitroskupinu a R značí fenyl, nebo naftyl, případně dále substituované atomy chloru, bromu, nebo alkyl  $C_1$  až  $C_4$ , sulfamoyl, methyl nebo ethylsulfamoyl, karbamoyl, fenyl karbamoyl skupinami, slouží ve formě bezvodých suspenzí v inertoním bezvodém rozpouštědle k přípravě odpovídajících chloridů karboxylových kyselin. Jako chloridačního činidla se používá fosgen, thionylchlorid, nebo halogenidy či oxyhalogenidy fosforu. Reakcí vzniklé chloridy karboxylových kyselin se oddělí od inertoního bezvodého rozpouštědla, které se regeneruje.

Prostá regenerace rozpouštědla destilací není schůdná, protože zbylé organické látky v rozpouštědle tvoří ve vařáku nerozpustné látky charakteru pryskyřic, čímž vznikají v destilačním zařízení obtížně odstranitelné nánosy. Mimo to obsahuje rozpouštědlo po chloridaci kyselé reagující látky, které silně korodují kovové zařízení.

Uvedené nedostatky odstraňuje způsob regenerace rozpouštědel dle výřezu, přičemž se postupuje tak, že se na oddělené rozpouštědlo po chloridaci působí vodným roztokem alkalického hydroxidu nebo uhličitanu o konc. 10 až 60 % hmot. v množství 1 hmot. díl činidla na 5 až 80 hmot. dílů rozpouštědla za intenzivního promíchávání směsi při teplotách od 40 °C až do teploty bodu varu příslušného rozpouštědla s následujícím oddestilováním dvou frakcí a to první frakce rozpouštědla s vodou a druhé frakce bezvodého rozpouštědla. Bezvodé rozpouštědlo se přímo vrací do chloridace a vlhké rozpouštědlo, oddělené z první frakce se vrací do odvodňovací operace.

#### Příklad 1

Do baňky o objemu 1,5 l o průměru 14 cm, opatřené pilovým míchadlem, jehož osa je uložena 3 cm mimo svislou osu nádoby se předloží 975 g bezvodých filtrátů po separaci chloridu mezibarviva připraveného kopulací diazotovaného 2-karbmetoxyanilinu s 2-hydroxy-3-naftoovou kyselinou. Tyto filtráty obsahují cca 28,5 g nečistot (tj. vedlejší látky v sušině, nezreagované suroviny, vedlejší produkty a rozpuštěný chlorid mezibarviva) a 946,5 g toluenu. Za míchání se přidá 45 g roztoku hydroxidu sodného o koncentraci 44,5 % hmot. a reakční směs se vyhřeje na 60 °C. 30 minut se míchá a kontroluje se hodnota pH reakční směsi, které musí být vyšší než 8. Po ukončení neutralizace se za snížených otáček míchadla vyhřeje obsah v baňce k varu tj. na 110 až 115 °C a do destilační baňky se přes odlučovač kapek oddestiluje první frakce rozpouštědla s vodou o složení 25 g vody a 75 g toluenu, druhá frakce 745 g toluenu s obsahem vody pod 0,01 % hmot. a destilační zbytek o hmot. 175 g obsahující ještě 126,5 g toluenu.

Druhá frakce se použije přímo pro další chloridaci. Z dělicí nádoby, kam se uvádí po ochlazení první frakce, odchází voda do odpadu a rozpouštědlo se vrací do destilace v další operaci.

Destilační zbytky z několika operací se zpracují zvlášť. K destilačnímu zbytku ze třech operací se přidá 1 l vody a oddestiluje se toluen s vodou. Destilační zbytek tvoří nečistoty nerozpustné ve vodě a voda. Nečistoty se odfiltrují, voda odhází do odpadu.

## Příklad 2

Do neutralizačního kotle o objemu 4 m<sup>3</sup> opatřeného míchadlem s vyzdívkou, která vzdoruje alkaliím a kyselinám se předloží 3 502 kg filtrátů po separaci chloridu mezibarviva připraveného kopulací diazotovaného 2,5-dichloranilinu s 2-hydroxy-3-naftoovou kyselinou. Tyto filtráty obsahují cca 102 kg nečistot (nezreagované suroviny, vedlejší produkty, rozpouštěný chlorid mezibarviva) a 3 400 kg o-dichlorbenzenu. Po spuštění míchadla se připustí 160 kg roztoku hydroxidu sodného o koncentraci 10 N. Kotel se uzavře, vyhřeje na 70 až 80 °C a ponechá se 1 hod. míchat. Po této době se obsah kotle přepustí do destilačního nerezového kotle o objemu 4 m<sup>3</sup> a opatřeného kotvovým míchadlem. Obsah kotle za normálního, respektive sníženého tlaku se vyhřeje k varu a oddestiluje se první frakce 95 kg vody a 425 kg o-dichlorbenzenu a druhá frakce 2 650 kg o-dichlorbenzenu s obsahem pod 0,01 % hmot. vody. Ve vařáku je 492 kg zbytku obsahujícího ještě 325 kg o-dichlorbenzenu.

Druhá frakce se použije přímo pro další chloridaci. Z dělicí nádoby, kam se uvádí po ochlazení první frakce, odchází voda do odpadu a rozpouštědlo se vrací do odvodňovací kolony, nebo do destilace.

Destilační zbytky se zpracovávají jako v příkladu 1.

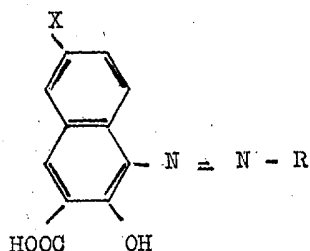
## Příklad 3

Postupem podle příklad 2 se regeneruje každé rozpouštědlo odpadající při přípravě chloridů monoazobarviv, vznikajících z těchto aktivních a pasivních komponent:

| Aktivní komponenta                  | Pasivní komponenta                                      |
|-------------------------------------|---------------------------------------------------------|
| Kyselina 2-hydroxy-3-naftoová       | 2,5-dichloranilid-3-amino-4-karbemtoxybenzoová kyselina |
| - " - -6-brom-2-hydroxy-3-naftoová  | 2-nitro-4-chloranilin                                   |
| - " - 2-hydroxy-3-naftoová          | 2-kyan-4-nitroanilin                                    |
| - " - " - " -                       | 4-amino-benzamid                                        |
| - " - 2-hydroxy-6-nitro-3-naftoová  | 2,5-dietoxy-4-sulfamoylanilin                           |
| - " - 2-hydroxy-6-metyl-3-naftoová  | 2-metoxy-5-trifulormetylanilin                          |
| - " - 2-hydroxy-6-metyl-3-naftoová  | - " -                                                   |
| - " - 2-hydroxy-6-metoxy-3-naftoová | - " -                                                   |
| - " - 2-hydroxy-6-ethoxy-3-naftoová | - " -                                                   |
| - " - 2-hydroxy-6-metyl-3-naftoová  | 1-naftylamin                                            |
| - " - 2-hydroxy-3-naftoová          | 2-metyl-3-chloranilin                                   |
| - " - " -                           | 2-butyl-5-chloranilin                                   |
| - " - " -                           | 2,5-dichlor-4-metyl sulfamoylanilin                     |
| - " - " -                           | 2,5-dichlor-4-etyl sulfamoylanilin                      |

## PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob regenerace rozpouštědel, jako jsou aromatické uhlovodíky benzen či toluen, nebo chlorované aromatické uhlovodíky jako je chlorbenzen, o-dichlorbenzen, chlortoluen nebo trichlorbenzen, parafinické cykloparafinické uhlovodíky a chlorderiváty, dále nitrolátky jako nitrobenzen a o-nitrotoluen, odpadajících při přípravě chloridů karboxylových kyselin monoazobarviv obecného vzorce (I)



kde X značí atom vodíku, chloru, bromu, methyl, ethyl, methoxy, ethoxy, nebo nitroskupinu a R značí fenyl, nebo naftyl, případně dále substituované atomy chloru, bromu, nebo alkyl  $C_1$  až  $C_4$ , metoxy, etoxy, nitro, kyano, trifluormetyl, karbalkoxy  $C_1$  až  $C_4$ , sulfamoyl, methyl, nebo ethylsulfamoyl, karbamoyl, fenylkarbamoyl skupinami, působením fosgenu, thionylchloridu, nebo halogenidu či oxyhalogenidu fosforu, vyznačený tím, že se na oddělené rozpouštědlo po chloridaci působí vodným roztokem alkalického hydroxidu nebo uhlíčitanu o koncentraci 10 % až 60 % hmot. v množství 1 hmot. díl činidla na 5 až 80 hmot. dílů rozpouštědla za míchání, při teplotách od 40 °C do teploty varu rozpouštědla, načež se ze směsi oddestiluje první frakce rozpouštědla s vodou a druhá frakce rozpouštědla bezvodého.