



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY

A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

223 508

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 24 10 81
(21) PV 7799-81

(51) Int. Cl.³ C 07 C 15/52

(40) Zveřejněno 28 01 83
(45) Vydáno 01 05 84

(75)

Autor vynálezu KMONÍČKOVÁ SVĚTLA ing., BUKOVKA
DRÁBEK JOSEF ing., KOSTELEČ U HEŘMANOVA MĚSTCE
ČERNÁK JIŘÍ ing.CSc., PARDUBICE
SALAMON MILOSLAV, ŘEZTOKY

MUDROCH JAROSLAV, PARDUBICE
BRUTAR JIŘÍ, PARDUBICE

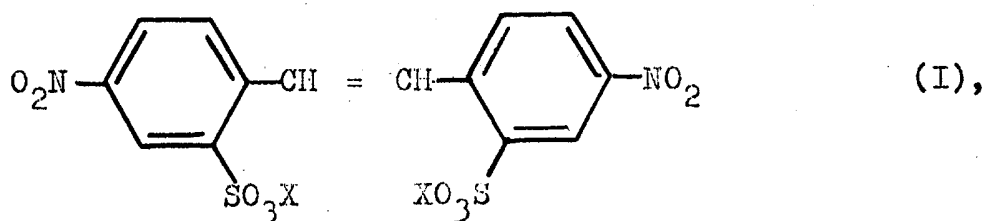
(54) Způsob izolace 4,4'-dinitrostilben-2,2'-disulfonové kyseliny

Způsob izolace 4,4'-dinitrostilben-2,2'-disulfonové kyseliny ze suspenze vzniklé ochlazením reakční směsi po oxidaci 4-nitrotolulen-2-sulfonové kyseliny sedimentací a filtrací, který spočívá v tom, že se 4,4'-dinitrostilben-2,2'-disulfonové kyseliny oddělí od kapaliny nejdříve přerušovanou sedimentací a potom filtrací v témže prostoru za tlaku od -0,1 MPa do +0,3 MPa a získaný filtrační koláč se prosuší a případně promyje. Vynález je použitelný v chemickém průmyslu při výrobě polotovarů pro opticky zjasňovací prostředky. Způsob umožňuje automatizaci celého procesu.

223 508

Vynález se týká způsobu izolace 4,4'-dinitrostilben-2,2'-disulfonové kyseliny z reakční směsi po oxidaci 4-nitrotoluen-2-sulfonové kyseliny kombinovanou izolací pomocí sedimentace a filtrace.

Příprava 4,4'-dinitrostilben-2,2'-disulfonové kyseliny obecného vzorce I



kde X je H, Na, K, patří mezi velkotonážní výrobu meziproduktů organické chemie. Průmyslově se vyrábí dehydrogenací 4-nitrotoluen-2-sulfonové kyseliny v alkalickém prostředí. Podle specifických podmínek výrobců je k oxidaci používáno vzduchu, chloru, chlornanu sodného a to v násadovém nebo kontinuálním procesu. Ve všech případech se pak zpracovává suspenze krystalů látky obecného vzorce I, buď v kyselém nebo alkalickém prostředí, některou běžnou izolační metodou. Pasta látky obecného vzorce I se zpracuje na barviva a hlavně na 4,4'-diaminostilben-2,2'-disulfonovou kyselinu, která je základním meziproduktem pro výrobu stilbenových OZP.

Dlouholetou výrobou 4,4'-dinitrostilben-2,2'-disulfonové kyseliny byl ustálen postup, při kterém se reakční směs po oxidaci 4-nitrotoluen-2-sulfonové kyseliny ochladí a vzniklá suspenze obsahující krystaly sloučeniny obecného vzorce I zpracuje tlakovou nebo vakuovou filtrací. Běžně používaná separační zařízení jsou kalolis, odstředivka, vakuový rotační bubnový filtr aj. Tímto způsobem se získá pasta vyhovující kvalitativním technickým

požadavkům dalšího zpracování. Důležitý je hlavně nízký obsah anorganických solí, který závisí na dělicí účinnosti separačního zařízení, projevující se vysokou sušinou filtračního koláče. Z tohoto důvodu nepřipadá v úvahu izolace pouhou sedimentací, přestože např. pasta vyloučená v alkalickém prostředí vytváří svými krystalickými vlastnostmi plně předpoklady pro její využití.

Nevýhodou uvedených způsobů izolace je, že spotřebovávají značné množství energie při neproduktivním oddělování matečných louhů z málo koncentrované suspenze (3 až 10 % hm.), a pokud nejsou automatizovány, vyžadují stálý dozor pracovníka a značné množství fyzické práce na manipulaci s vyizolovaným koláčem pasty pro transport k dalšímu zpracování. Se vzrůstem poptávky po opticky zjasňujících prostředcích na bázi 4,4'-diaminostilben-2,2'-disulfonové kyseliny narůstá výroba, která sebou přináší i zpracování velkých objemů reakčních směsí. Zvyšují se nároky na kapacitu izolačních zařízení, která se musí nahrazovat výkonnějšími a modernějšími. Negativním důsledkem, kromě vysoké pořizovací ceny, jsou i větší požadavky na prostor, spotřebu energií, a pokud jejich chod není zařízen zcela automaticky, i neúměrné fyzické zatížení obsluhujících pracovníků, případně i jejich zvyšující se počet. Separace samotnou sedimentací, jeví se výhodnou z energetických důvodů, je nevýhodná nedostatečnou kvalitou, způsobenou nízkou sušinou izolované pasty vlivem přítomnosti zbytků matečného louhu a tím i zvýšeným obsahem anorganických solí. Tento nedostatek by se nechal odstranit použitím úzkých vysokých sedimentačních nádob, ve kterých by se zahuštěná suspenze promyla několikrát vhodnou promývací kapalinou.

Prodloužená doba sedimentace vlivem delší dráhy sedimentující částice ve vysokém sedimentátoru a nutnost promývání způsobuje podstatné snížení výkonu objemové jednotky zařízení, které se tak stává nerentabilním.

Nyní byl nalezen nový způsob izolace 4,4'-dinitrostilben-2,2'-disulfonové kyseliny ze suspenze vzniklé ochlazením reakční směsi po oxidaci 4-nitrotoluen-2-sulfonové kyseliny sedimentací a filtrací, který podle tohoto vynálezu spočívá v tom, že se krystaly 4,4'-dinitrostilben-2,2'-disulfonové kyseliny oddělí od

kapaliny nejdříve přerušovanou sedimentací a potom filtrací v témže prostoru za tlaku od $-0,1$ MPa do $+0,3$ MPa a získaný filtrační koláč se prosuší a případně promyje.

Získaný filtrační koláč se po prosušení a případném promytí z nádoby vybere nebo se zpracuje dále v téže nádobě.

Podle tohoto způsobu se v nádobě relativně malého objemu, opatřené filtrační přepážkou, podrobí přerušované sedimentaci suspenze sloučeniny obecného vzorce I, při které část čiré kapaliny prochází volně působením gravitace přes filtrační přepážku, zbývající ještě část je odváděna v dostatečné výšce nad zahuštěnou suspenzí. Postup usazování se s výhodou opakuje až do vyčerpání objemové kapacity nádoby, určené pro zahuštěnou suspenzi. Zbývající množství kapaliny v zahuštěné suspenzi se odstraní filtrací, s výhodou vakuovou. Získaný koláč sloučeniny obecného vzorce I se pak prosuší, případně promyje a zpracuje dále buď ve formě pasty, nebo s výhodou přidáním vody a rozmícháním, s výhodou pneumatickým, na suspenzi pro transport do další výroby, např. 4,4'-diaminostilben-2,2'-disulfonové kyseliny.

Postup podle tohoto vynálezu poskytuje sloučeninu obecného vzorce I v dobré a konstantní kvalitě pro další zpracování.

Výhody tohoto vynálezu spočívají v jednoduchosti a snadném zhotovení celého izolačního zařízení. Zvláště pak výhodné je zpracování alkalické suspenze, kdy vzhledem k jejím korozivním vlastnostem může být zařízení zhotoveno z méně kvalitních materiálů. Další významnou výhodou je úspora energií, ke které dochází následkem oddělení 80 až 90 % kapaliny ze suspenze působením gravitace a pouze zbylých 10 až 20 % s nárokem na energii. Rovněž výhodné je, že na malé filtrační ploše a v malém objemu nádoby lze v krátkém čase zpracovávat velké objemy pevného a kapalného podílu, z čehož vyplývá, že způsob je výhodný z hlediska výkonnosti objemové jednotky. V případě aplikace pneumatického míchání neobsahuje zařízení žádné mechanicky namáhané součásti, které jsou zdrojem častých poruch při jiných způsobech separace. Jednou z nejdůležitějších výhod je možnost automatizace celého procesu, kterou je odstraněna fyzická námaha, snížen počet obsluhujících pracovníků a případně za určitých podmínek i možnost

kontinualizace procesu.

223 508

Následující příklad uvádí způsob separace ze suspenze získané ochlazením reakční směsi z oxidace 4-nitrotoluen-2-sulfonové kyseliny. Není-li uvedeno jinak, rozumějí se ve všech případech díly objemové.

Příklad provedení

Do sedimentační nádoby, opatřené filtrační přepážkou, objemu 17 dílů se napustí 16 dílů vychlazené suspenze a ponechá volné sedimentaci. Po uplynutí 40 min. se odpustí 9,7 dílu čiré kapaliny a napustí 8 dílů další vychlazené suspenze. Proces sedimentace se několikrát opakuje, až konečný objem sedimentu je 5 dílů, včetně neoddělené kapaliny 6,3 dílu. Pak se zbaví krystaly sloučeniny obecného vzorce I zbývající kapaliny vakuovou filtrací při -0,1 MPa. K získanému prosušenému filtračnímu koláči se přidá 2,5 dílu vody a rozmíchá se pneumatickým mícháním vzduchem na suspenzi pro transport na další zpracování.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob izolace 4,4'-dinitrostilben-2,2'-disulfonové kyseliny ze suspenze vzniklé ochlazením reakční směsi po oxidaci 4-nitrotoluen-2-sulfonové kyseliny, sedimentací a filtrací, vyznačený tím, že se krystaly 4,4'-dinitrostilben-2,2'-disulfonové kyseliny oddělí od kapaliny nejdříve přerušovanou sedimentací a potom filtrací v témže prostoru za tlaku od -0,1 MPa do +0,3 MPa a získaný filtrační koláč se prosuší a případně promyje.

17. VII. 1987

Opravy ve vytištěných popisech vynálezů

Ve vytištěném popisu vynálezu k autorskému osvědčení č. 223 508, (PV 7799-81) je chybně uveden údaj o tlaku, v anotaci, řádek č. 9, strana č. 3, řádek č. 2 a v předmětu vynálezu, řádek č. 6.

Správněfiltrací v témže prostoru za vakua až tlaku 0,3MPa

Tisk
Polka
17. VII. 1987