



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

195532

(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 07 C 79/10

/22/ Přihlášeno 30 09 77
/21/ /PV 6339-77/

(40) Zveřejněno 31 05 79

(45) Vydáno 15 05 82

(75)

Autor vynálezu

ŠTEKL JAROMÍR ing., PARDUBICE, HANZAL ANTONÍN, ČEPEŘKA,
PROCHÁZKA JAROSLAV doc. ing. CSc. a HEYBERGER ALEŠ ing., PRAHA

(54) Způsob kontinuální protiproudné extrakce odpadní kyseliny z výroby dinitrotoluenu

1

Vynález se týká způsobu kontinuální protiproudné extrakce odpadní kyseliny z výroby dinitrotoluenu nitrací, zejména z výroby působením nitrací kyselinou obsahující kyselinu dusičnou a kyselinu sírovou na o-nitrotoluen.

Odpadní kyselina z této výroby je v podstatě kyselina sírová, která obsahuje dinitrotoluen a nespotřebovanou kyselinu dusičnou. Použije-li se přímo pro nitraci toluenu na mononitrotoluen /mononitraci/, převážná část přítomného dinitrotoluenu se vyextrahuje do vzniklého mononitrotoluenu. Tato skutečnost je na závadu v případě, že mononitrotoluen se dělí na čisté isomery. Jestliže se odpadní dinitrační kyselina již dále pro výrobu nitroderivátů toluenu nepoužívá a zužitkovává se například pro výrobu hnojiv, představují rozpuštěný dinitrotoluen a kyselina dusičná ztráty a způsobují obtíže při dalším zpracování kyseliny.

Z těchto důvodů se odpadní kyselina po dinitraci čistí uváděním do styku s mononitrotoluenem, přičemž kyselina dusičná s ním zreaguje a část dinitrotoluenu se vyextrahuje. Aby koncentrace nežádoucí kyseliny dusičné klesla na přijatelnou nízkou hodnotu, je zapotřebí velkého reakčního objemu, intenzivního míchání a vysoké separační účinnosti následného separátoru pro dělení emulze od kyseliny. Podle doposud známého způsobu se odpadní dinitrační kyselina extrahuje mononitrotoluenem stykem v cirkulačním reaktoru a emulze se dělí v odstředivém separátoru. V důsledku nízké účinnosti míchání se v tomto provedení získá kyselina s obsahem HNO_3 nejméně 0,1 hmotnostních %, což předsta-

2

vuje ještě hodnotu poměrně vysokou. Pro snížení obsahu HNO_3 pod 0,1 % hmotnostní je nutno zajistit dlouhou dobu styku extrahované odpadní kyseliny s mononitrotoluenem a z toho vyplývající velký objem reaktoru, což je z technologického hlediska velkou nevýhodou.

Uvedenou nevýhodu odstraňuje způsob kontinuální protiproudné extrakce odpadní kyseliny z výroby dinitrotoluenu mononitrotoluenem, podle uvedeného vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že se extrahovaná odpadní kyselina z výroby dinitrotoluenu a mononitrotoluen uvádějí do vzájemného těsného styku vzájemným rozptylováním obou fází působením vibračního pohybu ve směru protiproudného toku za teploty 40 až 90 °C, přičemž mezifázové rozhraní je mimo účinný prostor vibrací.

Pro extrakci lze použít směs isomerů mononitrotoluenu nebo jednotlivé isomery; z praktických důvodů přichází v úvahu hlavně o-isomer z dělení mononitrotoluenů, který se používá pro výrobu dinitrotoluenu.

Popsaný způsob kontinuální protiproudné extrakce lze uskutečnit např. na zařízení ve tvaru svislého válce, opatřeného hrdly pro přívod a odvod kapalin a děrovanými vodorovnými, nad sebou umístěnými dny, která jsou zhotovena z materiálu smáčitel-ného nespojitou fází a z nichž nejméně jedna polovina je vertikálně vratně suvná.

Při vibračním pohybu patra buď mění, nebo nemění vzájemnou vzdálenost v průběhu jednoho kmitu. Změny vzdálenosti mezi dvěma sousedními patry lze dosáhnout různými způsoby, například fázovým posunem kmitů dvou

sousedních pater, různou frekvencí jejich kmitů, různou amplitudou kmitů dvou sousedních pater, nebo kombinací těchto prvků. Kromě toho je možno dosáhnout téhož účinku střídáním nehybných a vibrujících pater.

Podle vynálezu se odpadní dinitrační kyselina přivádí kontinuálně do horní části extrakčního zařízení a extraktivová fáze, tj. mononitrotoluen, se přivádí do spodní části. Horem se odvádí ze zařízení extrakt, tj. mononitrotoluen obsahující dinitrotoluen a HNO_3 , oba původně přítomné v dinitrační kyselině, a spodem odchází vyčištěná dinitrační kyselina. Hladina mezifázového rozhraní je udržována mimo pracovní oblast extraktoru, aby v pracovním prostoru extraktoru byla neustále jedna a táž fáze kontinuální a druhá dispergovaná. Podle polohy mezifázového rozhraní lze upravit pracovní režim extraktoru tak, aby kontinuální fázi tvořil buď extrakt, nebo rafinát. V případě polohy mezifázového rozhraní dole, jestliže kyselinová fáze je dispergována, je nutno vyrobít děrované přepážky z materiálu, který kyselinová fáze smáčí, například z polytetrafluorethylenu, který je současně odolný vůči zpracovávaným látkám. V případě, že se rozhraní nachází nahoře /dispergována je organická fáze/, jsou patra vyrobena z nerezavějící oceli. Vratný pohyb umožňuje v každém prostoru mezi dvěma patry novou dispergaci nespojitě fáze a tím zintenzivňuje přestup hmoty mezi oběma fázemi. V důsledku intenzivního přestupu hmoty mezi oběma fázemi jsou rozměry popsaného extrakčního zařízení značně menší než rozměry libovolného kontinuálního extraktoru při použití stejného extrakčního činidla pro stejnou výrobní kapacitu.

Poměr mononitrotoluenu k odpadní kyselině po dinitraci se pohybuje v mezích 0,3 až 2, s výhodou od 0,5 až 0,8.

Při postupu podle vynálezu jsou průtoky obou fází zařízením tak velké a doba pobytu v extraktoru tak malá, že reakce mezi HNO_3

a mononitrotoluenem zde prakticky neprobíhá a reakční teplo se vůbec neprojeví ve zvýšení teploty protékajících fází. Z toho důvodu není nutné chladit povrch extraktoru.

K bližšímu objasnění podstaty vynálezu je dále uveden příklad provedení, v němž uváděná procenta jsou procenta hmotnostní.

P ř í k l a d 1

Do extrakčního zařízení ve tvaru svislého válce o průměru činné části 200 mm a délce 5000 mm byla nahoře uváděna odpadní dinitrační kyselina o složení 73,20 % H_2SO_4 , 0,83 % HNO_3 , 1,98 % HNO_2 , 0,48 % dinitrotoluen rychlostí 614 kg/hod. a spodem o-mononitrotoluen rychlostí 474 kg/hod. Vibrační děrovaná patra, vyrobená z nerezavějící oceli a upevněná na táhle, byla umístěna v pracovním prostoru extrakčního zařízení v celkovém počtu 48. Vzdálenosti mezi jednotlivými patry činily 100 mm. Vzdálenost patra od stěny činné části byla 0,75 mm. Na každém patře bylo 448 otvorů o průměru 3 mm a celkové volné ploše 10 % vztaženo na plochu patra. Všechna patra měla tvar kruhu po oddělení kruhové úseče, jejíž tětíva byla vzdálena od osy táhla 63 mm, a byla opatřena na části obvodu odpovídající tětívě dolů směřující přepážkou o výšce 40 mm. Volnou plochou úseče procházela kyselinová fáze, která byla v daném případě spojitou fází. o-Mononitrotoluen byl fází dispergovanou. Táhlo s patry kmitalo ve směru svislé osy frekvencí 1,5 kmitů za sekundu a amplitudou 2,5 mm. Extrakce byla prováděna při teplotě 65 °C. Obsah kyseliny dusičné v kyselině po extrakci klesl pod 0,005 % a obsah dinitrotoluenu také pod 0,005 %. Ve vytékajících fázích, tj. v kyselině a v mononitrotoluenu po extrakci, nebyly přítomny druhé fáze, což svědčí o dokonalé účinnosti separačních prostorů.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Způsob kontinuální protiproudé extrakce odpadní kyseliny z výroby dinitrotoluen, obsahující jako hlavní složku kyselinu sírovou a jako nežádoucí příměsi nezreagovanou kyselinu dusičnou a dinitrotoluen, zdola přiváděným mononitrotoluenem, zejména o-nitrotoluenem, vyznačující se tím, že se extrahovaná odpadní kyselina z výroby dinitrotoluen a mononitrotoluen uvádějí do vzájemného těsného styku vzájem-

ným rozptylováním obou fází působením vibračního pohybu ve směru protiproudého toku za teploty 40 až 90 °C, přičemž mezifázové rozhraní je mimo účinný prostor vibrací.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že extrahovaná odpadní kyselina z výroby dinitrotoluen je spojitou fází a mononitrotoluen je fází dispergovanou.