

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

110710

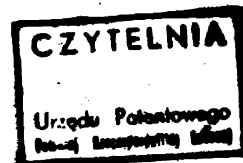
Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 28.10.77 (P. 201817)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 07.05.79

Opis patentowy opublikowano: 15.08.1981



Int. Cl.² C07C 79/10

Twórcy wynalazku: Andrzej Dębowski, Mieczysław Ziółko, Barbara Głazowska, Tadeusz Krasiejko, Jędrzej Kowalski, Mieczysław Rogalski
Uprawniony z patentu: Instytut Przemysłu Organicznego, Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania mononitrotoluenu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania mononitrotoluenu w reakcji nitrowania toluenu mieszaniną nitrującą z jednoczesnym wykorzystaniem kwasów ponitracyjnych.

Znane metody wytwarzania mononitrotoluenu polegają na reakcji nitrowania czystego toluenu mieszaniną nitrującą w temperaturze 283—323 K. Mieszaninę poreakcyjną poddaje się chłodzeniu i rozdziela na poszczególne fazy. Fazę organiczną stanowi surowy mononitrotoluen, a fazę nieorganiczną — kwasy ponitracyjne w ilości około 2 części na 1 część surowego mononitrotoluenu, które są w zasadzie odpadem. Kwasy te mogą być użyte ponownie do procesu nitracji jedynie w przypadku poddania ich zateżeniu, po uprzedniej denitracji, stanowiącej technologicznie proces trudny, pracochłonny i kosztowny. Ponowne użycie ich do nitracji, bez poddania denitracji, powoduje wprowadzenie do wytwarzanego mononitrotoluenu zanieczyszczeń w postaci dwunitrotoluenów, powstających w czasie zateżenia, co jest bardzo niekorzystne, gdyż surowy mononitrotoluen jest przeznaczony do destylacji i nie powinien zawierać dwunitrotoluenów lub zawierać minimalne ich ilości ze względu na bezpieczeństwo techniczne. W wysokich temperaturach destylacji dwunitrotoluen może powodować zagrożenie wybuchowe.

W znanych opisach technologicznych, w obawie przed powstawaniem dwunitrotoluenu, proces nitrowania toluenu prowadzi się stosując nadmiar to-

2

luenu, który następnie należy oddestylować z surowego mononitrotoluenu; stopień przemiany toluenu wynosi około 90% mimo stosowania czasu reakcji ponad 0,5 godziny. Zawartość dwunitrotoluenu w surowym mononitrotoluenie przekracza 0,2%.

Nieoczekiwanie stwierdzono, że można otrzymać mononitrotoluen o niskiej zawartości (poniżej 0,15%) dwunitrotoluenu, mimo wykorzystania powstających kwasów ponitracyjnych bez ich donitrowania, jeżeli zawróci się je do procesu jako mieszaninę nitrującą, po uprzednim wyekstrahowaniu toluenu, a następnie zateżeniu przy pomocy oleum i stężonego kwasu azotowego lub nitrozy i stężonego kwasu siarkowego.

15 Sposób wytwarzania mononitrotoluenu według wynalazku polega na reakcji nitrowania toluenu mieszaniną nitrującą użytą w ilości zbliżonej do stechiometrycznej w stosunku do użytego toluenu przy intensywnym mieszananiu w temperaturze 293—
20 —323°K. Medium poreakcyjne chłodzi się do temperatury 293 K i rozdziela na dwie fazy: organiczną i nieorganiczną. Produkt reakcji, czyli fazę organiczną, odkwasza się, usuwa produkty utlenienia i przemywa uzyskując mononitrotoluen surowy.

25 Fazę nieorganiczną, w której zawarte są kwasy ponitracyjne wraz z rozpuszczonym w nich mononitrotoluenem, poddaje się ekstrakcji toluenem, a następnie zateża bądź mieszaniną oleum i stężonego kwasu azotowego, bądź nitrozy i stężonego kwasu siarkowego do uzyskania mieszaniny nitru-

jącej. Toluen poekstrakcyjny, zawierający mononitrotoluen i powstałą mieszaninę nitrującą zawraca się do reakcji nitrowania. W czasie ekstrakcji następuje nitrowanie części toluenu do mononitrotolenu resztkami kwasu azotowego, zawartego w kwasie ponitracyjnym oraz ekstrakcja rozpuszczonych w tym kwasie mononitrotoluenów. Wprowadzony do środowiska reakcji, rozpuszczony w toluenie, mononitrotoluen nie ulega donitrowaniu do dwunitrotoluen.

Sposób według wynalazku może być zrealizowany w dowolnym układzie aparaturowym, zapewniającym dynamiczny przebieg procesu i możliwie jednakowy czas przebywania wszystkich cząsteczek reagentów.

Sposób według wynalazku pozwala wydatnie zmniejszyć ilość produktów odpadowych, jakimi są kwasy ponitracyjne, a jednocześnie skrócić proces nitrowania, co jest bardzo ważne przy prowadzeniu procesu w systemie ciągłym. Stopień przemiany toluenu wynosi powyżej 94%.

Przykład. 100 części wagowych toluenu i 456,5 części wagowych mieszaniny nitrującej dążuje się w sposób ciągły do pierwszego z dwóch ustawionych kaskadowo reaktorów. Czas przebywania reagentów w obydwu reaktorach wynosi 0,166 godziny. Temperatura procesów w obydwu nitratorach wynosi 313 K. Medium reakcyjne z drugiego nitratora przez przelew przepływa do separatora, gdzie po ochłodzeniu rozdziela się na fazę organiczną w ilości 142 części wagowych i fazę nieorganiczną w ilości 414,5 części wagowych. Część kwasów ponitracyjnych w ilości 320 części wagowych kieruje się do ekstrakcji toluenem w ilości 97,5 części wagowych.

Po ekstrakcji otrzymuje się 317,5 części wagowych kwasów poekstrakcyjnych, pozbawionych kwasu azotowego i nitrozwiązków oraz 100 części wago-

wych toluenu poekstrakcyjnego. Kwasy poekstrakcyjne zateża się 38,7 częściami wagowymi 25% oleum i 65,4 częściami wagowymi 98% kwasu azotowego i jako mieszaninę nitrującą kieruje się ponownie do mononitrowania. Do mononitrowania kieruje się również całą ilość toluenu poekstrakcyjnego. Fazę organiczną po mononitrowaniu przemywa się 20 częściami wagowymi wody, następnie 28,0 częściami wagowymi 2% roztworu wodorotlenku sodowego i ponownie 28,0 częściami wagowymi wody. Otrzymuje się mononitrotoluen z wydajnością powyżej 94% o zawartości dwunitrotoluen 0,10%.

15 Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania mononitrotolueny przez nitrowanie toluenu mieszaniną nitrującą, w temperaturze 283—323 K, z następnym chłodzeniem mieszaniny poreakcyjnej i rozdzieleniem na fazę organiczną, zawierającą mononitrotoluen i fazę nieorganiczną, zawierającą kwasy ponitracyjne wraz z rozpuszczonym w nich mononitrotoluenem, które zawraca się do procesu, **znamienny tym**, że fazę nieorganiczną, zawierającą kwasy ponitracyjne wraz z rozpuszczonym w nich mononitrotoluenem, poddaje się ekstrakcji toluenem, po czym pozostałą fazę nieorganiczną, zawierającą kwasy poekstrakcyjne, poddaje się zateżeniu przez dodanie oleum i stężonego kwasu azotowego lub nitrozy i stężonego kwasu siarkowego i mieszaninę tę zawraca się do procesu, a fazę organiczną, stanowiącą **poekstrakcyjny toluen**, zawierający zwłaszcza mononitrotoluen, również zawraca się do reakcji.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że mieszaninę nitrującą stosuje się w ilości zbliżonej do stechiometrycznej w stosunku do użytego toluenu.