



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

226 799

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 08 11 82
(21) PV 7926-82

(51) Int. Cl.³ C 01 B 7/09

(40) Zveřejněno 24 06 83
(45) Vydáno 01 08 85

(75) BAHNÍK MILOŠ ing.,
Autor vynálezu HOLICKÝ JAROSLAV,
JANDA FRANTIŠEK ing., PARDUBICE,
LUKÁŠ LADISLAV, ROSICE NAD LABEM

(54) Způsob získávání bromu z odplynů při bromaci

1

Vynález se týká způsobu zachycování bromu odpadajícího při bromacích.

Znamé způsoby zachycování a regenerace bromu používají většinou přebytku vodných roztoků alkalických louhů a různé způsoby uvolňování bromu ze vzniklých sloučenin bromu.

Nevýhodou těchto způsobů je nutnost získávat brom chemickou cestou, dále pak v použití přebytku alkalického louhu, což není ekonomicky zanedbatelné.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob získávání bromu z odplynů při bromaci způsobem podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že množství do absorpčního prostoru dávkovaného hydroxidu sodného o koncentraci 5 až 30 % hmotnosti je ekvivalentní množství bromací uvolněného bromovodíku. Brom se z roztoku bromu ve vodném bromidu sodném buď uvolní zahřátím na teplotu o 10 K nižší než je teplota varu roztoku a zbytky bromu se vytěsni proudem dusíku s následnou kondenzací par bromu, nebo se roztok bromu ve vodném roztoku bromidu sodného použije přímo k bromaci.

Vynález využívá poznatku, že brom je velmi dobře rozpustný ve vodných roztocích alkalických bromidů a dále toho, že při bromacích se nejdříve uvolňuje převážně bromovodík a přebytek bromu odchází z reakčního prostředí až poté, kdy je bromace téměř dokončena. Při teplotě 25 °C jsou rozpustnosti bromu ve vodném roztoku NaBr následující:

Rozpustnost roztoku (g/l)	Rozpustnost bromu (g/l)
92,6	99,2
160,5	176,7
205,8	247,8

Podle vynálezu se do absorpčního prostoru dává 5 až 30% vodný roztok hydroxidu sodného pouze v ekvivalentním množství k bromaci uvolněnému bromovodíku a takto vzniklý vodný roztok bromidu sodného slouží pak k zachycování bromu. Výhoda nového postupu spočívá v tom, že brom lze z vodného roztoku bromidu sodného získat přímo zahřátím na teplotu blízkou bodu varu roztoku, přičemž se zbytky bromu uvolní vytěsněním proudem dusíku s následnou kondenzací par bromu. Při přebytku hydroxidu sodného je třeba brom uvolňovat chemickou cestou. Výhodná je i snížená spotřeba hydroxidu sodného k absorpci a v některých případech možnost dalšího využití bromu i roztoku bromidu sodného. Roztok bromidu sodného prostý bromu lze použít k výrobě bromidu sodného krystalického. Jsou-li prováděny bromace v kyselině sírové, je možno použít roztok bromu ve vodném roztoku bromidu sodného přímo k bromaci.

Pro objasnění podstaty vynálezu jsou dále uvedeny příklady provedení.

Příklad 1

360 g organické látky o mol. hmotnosti 230, např. benzantronu se bromuje na monobromderivát v 3 600 g (3 000 cm³) nitrobenzenu uváděním 290 g bromu za teploty v reakční směsi 20 - 30 °C. Teoretická spotřeba bromu je 250 g. Reakční směs se vyhřeje během 5 h postupně na 125 až 130 °C, kdy odchází přebytný brom do absorpce. Více než 95 % benzantronu zreaguje s bromem již do teploty 100 °C, čemuž odpovídá při této teplotě uvolněné množství bromovodíku, kterého se po úplném zreagování uvolní 162 g. Poslední podíly bromu se z reakční směsi odstraňují probubláváním dusíku v množství 0,5 - 1,5 l/min po dobu 1 h. Teplota reakční směsi se přitom udržuje na 125 - 130 °C.

Odplyny, obsahující v první fázi reakce hlavně bromovodík, se vedou do absorpční věže o vnitřním průměru 30 mm s 20 cm vysokou náplní Berlových sedel o průměru 5 mm. Ke zkrápění absorpční věže se předloží do chlazené baňky 394 g roztoku hydroxidu sodného (100%). Tento roztok se za chlazení pod 25 °C cirkuluje v množství 1,5 - 2 l/h na absorpční věž. Roztok hydroxidu sodného se postupně konvertuje na roztok bromidu sodného, který slouží k absorpci bromu. Ukončení úniku bromu z reakční směsi je patrné dle barvy odplynů. Vodný roztok o hmotnosti 450 g obsahující 160 g bromidu sodného zachytí 28 - 32 g bromu. Z tohoto roztoku se získá brom ohřátím na 110 - 120 °C v baňce spojené se spirálovým chladičem chlazeným solankou na teplotu plynů -3 až -5 °C. Baňka je opatřena zanořenou trubičkou k uvádění dusíku. Páry bromu ve spirálovém chladiči kondensují a jímají se k novému použití. Zbytky bromu se z roztoků odstraní probubláváním mírného proudu dusíku. Z 28 - 32 g bromu se získá 26 - 28 g kapalného bromu.

Příklad 2

Zachycování uvolňovaného bromovodíku a volného bromu se provádí podle příkladu 1. Takto získaný vodný roztok bromidu sodného o hmotnosti 450 g obsahující 160 g bromidu a 30 g bromu se předloží do chlazené skleněné baňky, přidá se 300 g vody a za míchání a chlazení se dále přidá 200 g 1-aminoantrachinonu rozpuštěného v 600 g kyseliny sírové, která obsahuje 5 % hmotnosti volného kysličníku sírového. Potom se zvolna přidá pod hladinu 157 g chloru. Po nadávkování chloru se reakční směs vyhřeje postupně až na 80 °C. Po ukončení bromace se vzniklý 1-amino.2,4-dibromantrachinon izoluje.

Příklad 3

Zachycování uvolňovaného bromovodíku a volného bromu se provádí podle příkladu 1. Takto získaný vodný roztok bromidu sodného o hmotnosti 450 g obsahující 160 g bromidu sodného a 30 g bromu se předloží do chlazené skleněné banky, přidá se vodná pasta nesulfonovaných bromovaných derivátů antachinonu (420 g sušiny) odpadajících při výrobě 1-amino-2-sulfo-4-bromantrachinonu, naředí se 3 000 g vody a přidá se 550 g kyseliny sírové (100%). Potom se zvolna přidá 100 g aktivního chloru ve formě vodného roztoku chlornanu sodného. Po ukončení bromace se vzniklý 1-amino-2,4-dibromantrachinon izoluje.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob získávání bromu z odplynů při bromaci absorpcí ve vodném roztoku bromidu sodného vyzhačený tím, že množství do absorpčního prostoru dávkovaného hydroxidu sodného o koncentraci 5 až 30 % hmotnostních je ekvivalentní množství bromací uvolněného bromovodíku, načež se brom z roztoku bromu ve vodném roztoku bromidu sodného buď uvolní zahřátím na teplotu o 10 K nižší než je teplota varu roztoku a zbytky bromu se vytěsní proudem dusíku s následnou kondenzací par bromu, nebo se roztoku bromu ve vodném roztoku bromidu sodného použije přímo k bromaci.