



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

212 820

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 31 03 80
(21) FV 2232 - 80

(51) Int. Cl.³
C 07 B 13/06

(40) Zveřejněno 31 08 81
(45) Vydáno 01 12 83

(75)
Autor vynálezu VESELÝ VÁCLAV ing., PRAHA
GLOSSER ZDENĚK, PARDUBICE
VÁCLAVEK VLADIMÍR ing., CSc., PRAHA

(54) Způsob řízení sulfonace

1

Vynález se týká způsobu řízení sulfonace v kapalně fázi. Sulfonace může probíhat v homogenní nebo heterogenní soustavě.

Většina sulfonačních reakcí se vyznačuje značným tepelným zabarvením. Vedle vlastního reakčního tepla se může projevit významnou měrou i teplo slučovací, směrovací, krystalizační a podobně.

Provádíme-li sulfonaci násadovým způsobem, předložíme jednu reakční komponentu do reakční nádoby a druhou přidáváme po dávkách. Rychlost dávkování závisí především na reakční rychlosti odvozu vzniklého tepla. Sulfonace musí probíhat v teplotním rozmezí, stanoveném s ohledem na těkavost jednotlivých složek a na průběh vedlejších reakcí. Výkon výrobního zařízení lze zvýšit kombinací průtokového a násadového způsobu. V takovém případě se kontinuálně směšuje sulfonovaná komponenta se 60 až 90 % sulfonační komponenty, přičemž se odvede převážná část vzniklého tepla. Reakční směs se pak napustí do sulfonátoru, kde se násadovým způsobem reakce dokončí.

Současný stav vedení sulfonace se omezuje na řízení dávkování sulfonační komponenty v závislosti na teplotě reakční směsi. Množství jednotlivých komponent se vypočítává na základě jejich analýz. Konec sulfonace se rovněž kontroluje analyticky. Tento způsob je náročný na čas a pracovní síly. Provozní analytická kontrola nemůže poskytnout úplné a dostatečně přesné údaje o složení jednotlivých reakčních složek. Například vlhkost suroviny značně ovlivňuje spotřebu sulfonačního činidla vzhledem k rozdílným molekulovým hmotnostem či-

nidla vzhledem k rozdílným molekulovým hmotnostem činidla a vody. Proto se obvykle přidává 10 až 20 % přebytek vypočteného množství sulfonačního činidla. Na základě analýzy reakční směsi se pak určuje, zda je sulfonace skončena nebo zda je nutno přidat další množství sulfonačního činidla.

Snímání běžných fyzikálních hodnot reakční směsi jako teploty, vodivosti, viskozity aj. není vhodné pro řízení sulfonací. Reakční směs představuje agresivní prostředí s kolísáním teploty a často i suspenzí. Odezva čidel snímajících tyto hodnoty není dostatečně reprezentativní průběhu reakce.

Zvláště měření teploty celé vsádky je málo přesné. Teplotní změny vznikající přidáním sulfonačního činidla jsou malé a jsou nepříznivě ovlivňovány kolísáním teploty vsádky.

Navržený způsob měření teplotní difference ve dvou bodech reaktoru umožňuje přesné sledování průběhu reakce. Hlavní výhodou je citlivost měření a odstranění vlivu kolísání teploty vsádky. Tento způsob lze užít jak v chlazených tak i adiabatických reaktorech. Nevýhodou je nutnost měření malých diferencí teploty citlivými přístroji nebo užití vhodného zesilovače.

Důležitým požadavkem je umístění jednoho teploměrného čidla do těsné blízkosti nátoky sulfonačního činidla a druhého čidla do vzdálenějšího místa reaktoru. Rozhodující význam má tepelné zabarvení sulfonace, rychlostní konstanta čidla a doba cirkulace reakční směsi.

Jako teploměrného čidla lze užít jak termočlánků, tak i odporových teploměrů nebo termistorů, zapojených kompenzačně proti sobě. Tím je zajištěno, že výsledný užitečný signál odpovídá rozdílu teplot v místě probíhající reakce a v místě, kde reakce odeznívá, bez ohledu na kolísání teploty celé vsádky. Pro citlivá měření má být časová konstanta čidla menší než 1 s. Větší časová konstanta snižuje výsledný signál čidla.

Měření diferenčním čidlem lze užít ve většině stávajících sulfonačních reaktorů. Vhodné jsou reaktory normalizovaného tvaru, tj. čtvercového průřezu. Účelně je výška prostoru k jeho šířce v poměru 0,5 až 1,5 : 0,5 až 1,5. Pro správnou funkci čidla nesmí být mícháním dosažena doba cirkulace kratší než je rychlostní konstanta čidla, účelně jde o alespoň 1,5 násobek časové konstanty čidla.

Zkreslení signálu čidla může způsobit teplota nastříkovaného sulfonačního činidla. V případě, že teplota sulfonačního činidla a reakční směsi je rozdílná, ale během celé reakce se udržuje konstatní, je konstatní i zkreslení signálu čidla a neovlivňuje jeho rozlišovací schopnost. Pokud však rozdíl teploty není stálý, dochází ke zhoršení funkce čidla. Pak je nutno teplotu sulfonačního činidla vyrovnat na teplotu reakční směsi. Toho lze poměrně snadno dosáhnout průtokem sulfonačního činidla přes temperační zařízení ponořené přímo do reakční směsi.

Velikost jednotlivých dávek sulfonačního činidla závisí na tepelném zabarvení reakce, citlivosti čidla, vyhodnocovacího zařízení a požadované přesnosti určení konce reakce. Není-li nutná znalost průběhu celé sulfonace, je vhodné přidat 80 až 90 % sulfonačního činidla v několika větších dávkách a zbytek přidat ve 3 až 5 dávkách.

Níže uvedené příklady ilustrují provedení dle vynálezu.

Příklad 1

Sulfonace 2-naftolu kyselinou chlorsulfonovou se provádí v roztoku o-nitrotoluenů. Čidlo tvoří dva plášťové termočlánky o průměru 1 mm v diferenčním spojení. Oba jsou umístěny v jedné teploměrné jínce tak, že jeden je připájen ke dnu jímy a druhý ve výšce 10 cm ke stěně jímy. Sulfonace se provádí při teplotě 0 až 5 °C v duplikátorovém reaktoru o obsahu 50 l. Kyselina chlorsulfonová je uváděna v malých dávkách do blízkosti prvního termočlánku.

Teplotní difference je snímána citlivým zapisovačem s nastavitelným snímacím kontaktem, který ovládá relový systém pro napouštění jednotlivých dávek. Nedosáhne-li velikost signálu nastavenou hodnotu 10 qV, je přidána poslední dávka kyseliny chlorsulfonové a reakce je skončena. Teplota reakční směsi je snímána kontrolním termočlánkem. Překročí-li 5 °C, je dávkování kyseliny chlorsulfonové zastaveno, dokud teplota opět neklesne.

Příklad 2

Sulfonace 2-naftolu jako v příkladu 1 je řízena diferenčním termočládkovým čidlem, které tvoří dva plášťové termočlánky připájené ke dnu samostatných tenkostěnných jínek, které spolu s hlavicí tvoří jeden celek. Jedna jímka zasahuje těsně pod hladinu vsádky, druhá sahá až ke dnu reaktoru. Kyselina chlorsulfonová je dávkována elektromagnetickým ventilem na hladinu vsádky. Signál čidla je snímán elektronickým zesilovačem a regulátorem. Nedosáhne-li odezva čidla nastavené hodnoty 10 qV, přidáno ještě 5 % hm. celkového množství kyseliny chlorsulfonové a reakce je skončena. Regulátor rovněž omezuje dávkování při překročení teploty 5 °C v reakční směsi.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob řízení sulfonace pomocí diferenčního čidla prováděný ve válcovém prostoru, kde výška prostoru k jeho šířce je v poměru 0,5 až 1,5 : 0,5 až 1,5, za míchání, při němž rychlost cirkulace reakční směsi je alespoň 1,5 násobek časové konstanty čidla a přívádění sulfonačního činidla, které má konstantní rozdíl teploty nebo shodnou teplotu s teplotou směsi v reakčním prostoru vyznačující se tím, že se k předložené komponentě přidává sulfonační činidlo vždy v dávce představující 2 až 20 % celkového množství sulfonačního činidla v závislosti na teplotním rozdílu mezi místem nátoky sulfonačního činidla a reakční směsí, přičemž reakce je ukončena jakmile odezva diferenčního čidla klesne pod hodnotu signalizující průběh reakce vyjádřený reakčním teplem.