



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

219070
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 07 C 143/10

(22) Přihlášeno 03 08 81
(21) (PV 5858-81)

(40) Zveřejněno 30 07 82

(45) Vydáno 15 07 85

[75]
Autor vynálezu

DUFEK JOSEF ing., HEŘMANŮV MĚSTEC, LÁSKA JAN ing., ČERNÝ
VRATISLAV ing., VENCL JOSEF ing. CSc., CHMÁTAL VLADIMÍR dr. CSc.,
PARDUBICE

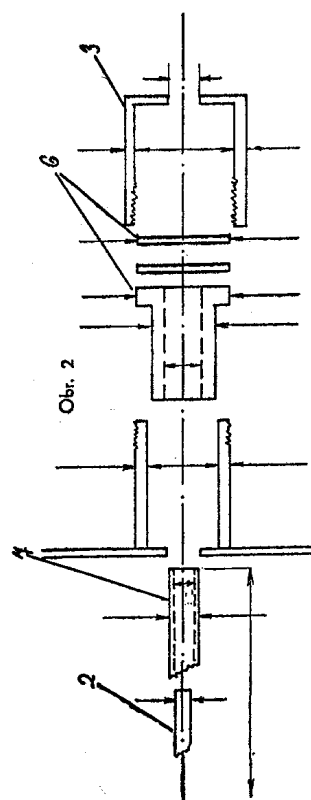
[54] Způsob výroby aromatických hydroxyderivátů z arensulfokyselin
kontinuálním sledováním volného hydroxidu a zařízení ke sledování
způsobu

1

2

Způsob přípravy aromatických hydroxyderivátů z arensulfokyselin působením alkalického hydroxidu za zvýšené teploty tak, že se množství hydroxidu kontinuálně sleduje měřením elektrické vodivosti, která je automaticky teplotně korigována a zařízení k provedení způsobu sestávající z elektrod a teplotního čidla pro automatické provádění korekce vodivosti.

Použití v chemických provozech.



Vynález se týká způsobu výroby aromatických hydroxyderivátů a elektrometrického sledování náhrady sulfoskupiny arensulfokyselin hydro skupinou kontinuálním měřením elektrické vodivosti reakční směsi, umožňujícím stanovení volného alkalického hydroxidu a zařízení k provedení sledování.

Působení alkalických hydroxidů za zvýšené teploty na arensulfokyseliny za vzniku aromatických hydroxyderivátů je jednou ze základních reakcí jak v laboratorním měřítku, tak hlavně v provozní praxi. Aromatické hydroxyderiváty, ať již různě substituované nebo nesubstituované, jsou výchozí surovinou pro výrobu dalších meziproduktů velkotonážního charakteru a pro přípravu důležitých azobarviv.

Řízení alkalického tavení bylo dosud vedeno empiricky. Podle vypracovaného předpisu při víceméně stálé teplotě a konstantním složení reakční směsi je možno počítat se stanovenou dobou tavy a konstantním výrobkem. V praxi se však vyskytují potíže způsobené nehomogenitou, případně různou kvalitou surovin. Je proto nutné sledovat množství volného hydroxidu, aby reakce kvantitativně proběhla. V některých případech je nutno udržet určitý přebytek louhu, aby se dalo s taveninou dále manipulovat. K tomu je třeba během reakce odebrat vzorky, které se analyticky dále zpracovávají. Toto odebrání vzorků s následujícím vyhodnocením prodlužují technologický režim. Analýza malých množství alkalického hydroxidu ve vysokém přebytku siřičitanů a hydroxylátů a přítomnosti neznámých množství solí je zatížena značnými chybami. Mimo to ke správnému zakončení procesu, ovlivněnému též optimalizací ekonomie je nutno provádět analýzu nejméně dvakrát. Kontinuální způsob sledování výměnné reakce naráží na řadu potíží vzhledem k technologickým podmínkám, jako je rozpětí teplot od cca 200 °C do 350 °C a vysoké agresivité prostředí. Zjišťování poměru organických složek je možno vzhledem k dosud známým analytickým metodám pouze v odebraných vzorcích. Již dříve byly provedeny pokusy o elektrometrické sledování volného hydroxidu, ale vzhledem k malé životnosti používaných materiálů, složení použitých elektrod a vysoké tepelné závislosti měřených hodnot nedošly prakticky použití.

Nyní bylo nalezeno, že je možno dlouhodobě kvantitativně sledovat množství volného alkalického hydroxidu v reakční směsi měřením elektrické vodivosti této směsi s automatickou korekcí na teplotu. Měření je založeno na skutečnosti, že reakční prostředí obsahuje disociované molekuly a volné ionty jsou zprostředkovateli přenosu elektronů. Hydroxylové ionty podobně jako ve vodném prostředí mají podstatně vyšší vodivost než ionty ostatní, nehledě k tomu,

že určité množství vody, většinou vlivem ustavené termické rovnováhy je během reakce prakticky konstantní. Podle Temkina se obecně složky taveniny chovají ideálně do mnohem vyšších koncentrací než ve vodě.

Na přiložených výkresech je znázorněno zařízení ke sledování výroby aromatických hydroxyderivátů.

Na obr. 1 je v pohledu znázorněn snímač a na obr. 2 je v řezu znázorněn detail uchycení čidla na snímači. Na obr. 1 značí 1 čidlo z materiálu, který snáší reakční prostředí, jako železo, nebo jeho slitiny. Uvnitř čidla vede vlastní elektroda 2 s konstantním povrchem ve formě drátu, nebo plechu s hladkým povrchem z kovů ze skupiny železa a jeho slitin, stříbra, zirkonu, nebo drahých kovů, upevněná převlečnou matkou 3 a vodivě spojená s převodníkem 8. Převlečná matka 3 je utěsněna teflonovou ucpávkou 6. Elektroda 2 je izolována izolačním materiálem 7. Snímač 5 obsahuje nejméně jednu elektrodu, další elektroda může být případně nahrazena reakčním kotlem. Elektroda 2 vyčnívá ze snímače 5 tak, aby se odporová konstanta pohybovala v rozmezí 1 až 200. Ve snímači je umístěno také teplotní čidlo 4, které dovolu je v převodníku 8 automaticky provádět korekci vodivosti při teplotních výkyvech. Z převodníku je na elektrody přiváděno malé střídavé napětí o frekvenci 50 až 5000 Hz. Elektrický signál je v převodníku zpracován a teplotně korigován. Výstupní signál z převodníku je možno vést na kalibrovaný měřicí přístroj, liniový či bodový zapisovač pro záznam průběhu reakce případně na zařízení umožňující automatické dávkování surovin. Vzhledem k tomu, že vodivost je v některých případech ovlivněna poněkud rychlostí míchání, je nutno pro každou výrobu a elektrodový systém čidlo. Změna koncentrace alkalických hydroxidů se podle rozměrů vodivostních elektrod projevuje řádově změnou vodivosti v mS na jedno procento hydroxidu. Závislost vodivosti nemusí být v celém oboru měřených koncentrací lineární.

Vynález je dokumentován několika příklady, které nevymezují ani neomezuji rozsah použití.

Příklad 1

Do kotle se předloží 300 kg NaOH a 30 litrů vody. Za míchání se vyhřeje na 310 °C a vnáší se sodná sůl 2-naftalensulfokyseliny takovou rychlostí, aby teplota nepřestoupila 320 °C. Po vnesení asi 2/3 celkového množství je vodivost taveniny, měřená párem elektrod z nerezového drátu (odporová konstanta cca 1,2) 120 mS a po vnesení celé dávky cca 90 mS. Po další hodině protavování klesla vodivost na 85 mS a reakce byla hotova, reakční směs obsahovala kolem 3 % volného hydroxidu.

Příklad 2

Při stejné technologii se reakce sleduje pomocí 1 elektrody, ponořené do reakční

směsi (stříbrný drát o průměru 2 mm, délce 6 mm), druhá elektroda je vodivě spojena s kotlem. Vodivost během tavby klesá z cca 10 mS na 20 mS.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob přípravy aromatických hydroxyderivátů z arensulfokyselin působením alkalického hydroxidu za zvýšené teploty vyznačený tím, že množství alkalického hydroxidu je kontinuálně sledováno měřením elektrické vodivosti, která je automaticky teplotně korigována.

2. Zařízení ke sledování způsobu podle bodu 1 vyznačené tím, že je tvořeno čidlem

(1) realizovaným nejméně jednou elektrodou (2) upevněnou v tělese snímače (5) pomocí převlečné matky (3), popřípadě elektrodou (2), reakční nádobou a teplotním čidlem (4) pro automatické provádění korekce vodivosti, přičemž vzdálenost elektrody (2) od tělesa snímače (5) je volena k dosažení odporové konstanty v rozmezí 1 až 200.

2 listy výkresů

