



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

216 049

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 15 07 80
(21) PV 4996-80

(51) Int. Cl.³ C 07 C 143/29

(40) Zveřejněno 29 05 81

(45) Vydáno 01 09 84

(75)

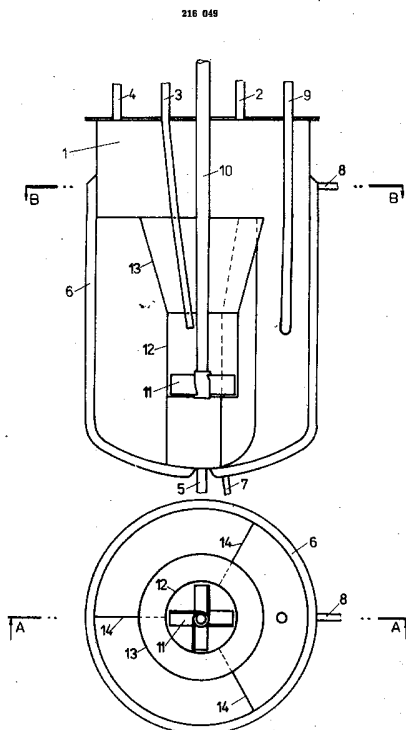
Autor vynálezu

VOREL MILAN ing., SLATIŇANY a JANDA FRANTIŠEK ing., PARDUBICE

(54)

Způsob výroby 4,4'-dinitrostilben-2,2'-disulfokyseliny a zařízení
k provádění tohoto způsobu

Vynález se týká způsobu přípravy 4,4'-dinitrostilben-2,2'-disulfokyseliny oxidací vzduchem. Kyselost výchozí kyseliny 4-nitrotoluensulfonové nemá být vyšší než 0,16 molu kyseliny sírové na 1 mol suroviny a oxidace probíhá ve dvou fázích, které se liší množstvím přiváděného vzduchu, přičemž během celé oxidace je směs intenzivně míchána. Tento způsob oxidace umožňuje reaktor, jehož míchadlo je umístěno v difusoru, skládajícím se z válcové a kuželové části, případně jenom kuželové části. Prostor mezi stěnou reaktoru a difusoru je rozdělen radiálními žebry na nejméně tři prostory.



Vynález se týká způsobu výroby 4,4'-dinitrostilben-2,2'-disulfokyseliny oxidací 4-nitrotoluen-2-sulfokyseliny vzduchem za přítomnosti katalytického množství kysličníku těžkých kovů.

4,4'-dinitrostilben-2,2'-disulfokyselina je známým meziproduktem pro výrobu opticky zjasňovacích prostředků. Vyrábí se oxidací 4-nitrotoluen-2-sulfokyseliny vzduchem za přítomnosti katalytického množství kysličníků kovů například kysličníku manganitého, nebo chloranem sodným, v alkalickém prostředí. Je známo, že nedostatek oxidačního činidla vede k tvorbě nežádoucích barevných kondenzačních produktů, které snižují výtěžek a vyrobenou 4,4'-dinitrostilben-2,2'-disulfokyselinu znehodnocují natolik, že je nepoužitelná pro výrobu opticky zjasňovacích prostředků. Oxidace probíhá v heterogenní soustavě, neboť sodná sůl 4,4'-dinitrodibenzyl-2,2'-disulfokyseliny, která je oxidačním meziproduktem, je v alkalickém vodném prostředí málo rozpustná. Přítomnost anorganických solí, například sířenu sodného, rozpustnost ještě snižuje a tím se snižuje i rychlost oxidace. Přítomnost anorganických solí má též negativní vliv na izolaci 4,4'-dinitrostilben-2,2'-disulfokyseliny, neboť vznikají velmi malé krystaly produktu, které pomalu filtrují a obtížně se promývají. Síran sodný, který znesnadňuje průběh oxidace, vzniká neutralizací kyseliny sírové, obsažené v technické 4-nitrotoluensulfokyselině. Ztráty na výtěžku 4,4'-dinitrostilben-2,2'-disulfokyseliny vznikají též přeoxidováním, vstoupí-li se do reakční směsi velký přebytek vzduchu vůči teorii, k potlačení tvorby barevných látek v konstrukčně nevhodném typu reaktoru.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob výroby 4,4'-dinitrostilben-2,2'-disulfokyseliny oxidací 4-nitrotoluen-2-sulfokyseliny vzduchem za přítomnosti katalytického množství kysličníků kovů, jehož podstata spočívá v tom, že se na kyselinu 4-nitrotoluen-2-sulfonovou a kyselosti nižší než 0,16 molu kyseliny sírové na 1 mol suroviny po rozpuštění a neutralizaci působí v prvním časovém úseku, trvajícím 1/5 až 2/5 celkové doby oxidace, vzduchem v množství od 5 do 25 l/h na liter reakční směsi a v druhém časovém úseku, trvajícím po zbytek doby potřebné k oxidaci, se množství přiváděného vzduchu sníží na 1 až 5 l/h na 1 liter reakční směsi, přičemž během celé doby oxidace se mícháním udržuje hustota dissipované mechanické energie na hodnotě 300 až 10000 W/m³ reakční směsi.

Způsob výroby podle vynálezu umožňuje reaktor, opatřený vstupním hrdlem pro roztok kyseliny 4-nitrotoluen-2-sulfonové, vstupním a výstupním hrdlem pro vstup a výstup vzduchu, výpustným hrdlem, topným pláštěm ohřevným vodou a mechanickým axiálním míchadlem, jehož podstata spočívá v tom, že axiální míchadlo je umístěno v difusoru sestávajícím z válcové části a kuželové části, případně pouze z kuželové části, přičemž prostor mezi difusorem a stěnou reaktoru je rozdělen radiálními žebry na nejméně tři prostory.

Výhodou tohoto způsobu výroby 4,4'-dinitrostilben-2,2'-disulfokyseliny je omezení vzniku vedlejších a barevných produktů přeoxidováním 4-nitrotoluen-2-sulfokyseliny a reakčních meziproductů na 4-nitrosifenol-2-sulfokyselinu a případně další oxidační zplodiny. Takto vyrobená 4,4'-dinitrostilben-2,2'-disulfokyselina neobsahuje barevné látky a je vhodná pro výrobu opticky zjasňovacích prostředků.

Na připojeném obrázku č. 1 je znázorněn reaktor v příkladném provedení, nakreslený v řezu rovinou A-A a B-B.

Pro objasnění podstaty vynálezu je dále uveden příklad provedení.

Příklad

Do reaktoru o celkovém objemu 5,5 l se naleje předem připravený roztok obsahující 217,7 g 4-nitrotoluen-2-sulfokyseliny a 7,6 g volné kyseliny sírové, zneutralizovaný roztokem uhličitanu sodného o koncentraci 15 % hmotnostních na pH = 7,0. Celkový objem roztoku se doplní na 3 l. Do roztoku se přidá 0,3 g síranu manganatého krystalického, jemně rozetřeného. Obsah reaktoru se vyhřeje vodou 80 °C teplou na 48 až 49 °C, otevře se přívod vzduchu a připustí se 101,5 g hydroxidu sodného 100 %ního ve formě 30 %ního vodného roztoku v průběhu 2 až 3 minut. Průtok se udržuje na hodnotě 22,5 l/h vzduchu po dobu 6 hodin, pak se sníží na 3 až 5 l/h. Programovým regulátorem se udržuje následující teplotní režim v čase:

Doba, h	Teplota, °C	Doba, h	Teplota, °C
0	49	11	58
1	50	12	58
2	51	13	58
3	52	14	58
4	53	15	58
5	54	16	62
6	55	17	62
7	56	18	62
8	57	19	62
9	58	20	62
10	58		

Po 18 až 20 h je oxidace ukončena. Reakční směs se rychle ochladí na 35 až 40 °C, přeruší se přívod vzduchu, obsah oxidátoru se převede do krystalizátoru, ochladí na 4 až 6 °C a udržuje při této teplotě po dobu 2 h. Vyloučená 4,4'-dinitrostilben-2,2'-disulfokyselina se zfiltruje a koláč se promyje 3x 45 cm³ nasyceného roztoku chloridu sodného o teplotě 5 °C. Získá se 173 g 4,4'-dinitrostilben-2,2'-disulfokyseliny 100 %, což je výtěžek 80 % teorie. Oxidace se provádí v reaktoru 1, který je opatřen vstupním hrdlem 2 pro roztok 4-nitrotoluen-2-sulfokyseliny, vstupním a výstupním hrdlem 3 a 4 pro vzduch, výpustním hrdlem 5, topným pláštěm 6 vytápěným vodou, jejíž přívod je 7 a odvod 8. Reaktor je dále opatřen teploměrnou jímkou 9, mechanickým axiálním míchadlem 11, s hřídelí 10, přičemž je axiální míchadlo 11 v difuzoru sestávajícím z válcové části 12 a kuželové části 13, případně pouze z kuželové části 13 a prostor mezi difuzorem a stěnou reaktoru 1 je rozdělen radiálními žebry 14 nejméně na tři prostory. Reakční směs je míchadlem 11 hnána směrem ke dnu reaktoru 1, přičemž se vysokou turbulencí rovnoměrně rozděluje vzduch přiváděný hrdlem 3 nad míchadlo. Reakční směs s jemnými bublinkami vzduchu proudí po vnější straně difuzoru k hladině, přičemž kuželová část difuzoru 13 zvyšuje

rychlost proudění reakční směsi směrem k hladině po vnější straně difuzoru, čímž je vysoká turbulence udržována v celém objemu vsádky. Radiální žebra působí jako narážky a zmenšují pění reakční směsi.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob přípravy 4,4'-dinitrostilben-2,2'-disulfokyseliny oxidací p-nitrotoluensulfokyseliny vzduchem vyznačující se tím, že se na kyselinu 4-nitrotoluen-2-sulfonovou a kyselosti nejvýše 0,16 molu kyseliny sírové na 1 mol suroviny po rozpuštění a neutralizaci působí v prvním časovém úseku, trvajícím 1/5 až 2/5 celkové doby oxidace, vzduchem v množství od 5 do 25 l/h na litr reakční směsi a v druhém časovém úseku, trvajícím po zbytek doby potřebné k oxidaci, se množství přiváděného vzduchu sníží na 1 až 5 l/h na 1 litr reakční směsi, přičemž během celé doby oxidace se mícháním udržuje hustota dissipované mechanické energie na hodnotě 300 až 10 000 W/m³ reakční směsi.
2. Zařízení k provádění způsobu dle bodu 1 sestávající z reaktoru opatřeného vstupním hrdlem pro roztok 4-nitrotoluen-2-sulfokyseliny, vstupním hrdlem pro vstup a výstup vzduchu, výstupním hrdlem, topným pláštěm otápěným vodou a mechanickým axiálním míchadlem a pohonem vyznačené tím, že axiální míchadlo (11) je umístěno v difusoru sestávajícím z válcové části (12) a kuželové části (13), případně pouze z kuželové části (13), přičemž je prostor mezi difusorem a stěnou reaktoru rozdělen radiálními žebry (14) na 3 až 10 prostorů.

1 výkres

