



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

201 059

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 17 04 79
(21) PV 2622-79

(51) Int. Cl.³ B 01 J 8/26

(40) Zveřejněno 31 01 80
(45) Vydáno 01 02 83

(75) PAŠEK JOSEF doc. ing. CSc., PRAHA
Autor vynálezu
JAROŠ ALOIS ing. a
ŘEŽÁBEK ANTONÍN RNDr., BRATISLAVA a
MANČÍK MIROSLAV ing., PRAHA

(54) Zařízení pro kontinuální přesmyk N-nitrozodifenylaminu na 4-nitrozodifenylamin

1

Vynález se týká zařízení pro kontinuální provedení přesmyku N-nitrozodifenylaminu na 4-nitrozodifenylamin.

Přesmyk N-nitrozodifenylaminu na 4-nitrozodifenylamin se uskutečňuje vždy za přítomnosti chlorovodíku a alifatického alkoholu. Z reakční směsi se vylučuje málorozpustný hydrochlorid 4-nitrozodifenylaminu. Přesmyk se nejčastěji uskutečňuje vsádkovým postupem v reaktoru s míchadlem. Kontinuální provedení přesmyku se však setkává s některými problémy.

Reakční směs představuje dost hustou suspenzi krystalků hydrochloridu 4-nitrozodifenylaminu, které mají tendenci k sedimentaci a k nalepování na stěny zařízení, zejména v potrubních spojích mezi jednotlivými reaktory kaskády. Při nevhodném způsobu spojení reaktorů se zařízení ucpává hydrochloridem, který se postupně mění na pryskyřnaté látky. Spojení jednotlivých reaktorů přepady předpokládá stupňovité uspořádání reaktorů, které je nevýhodné z hlediska uložení a propojení, montáže i obsluhy. Vodorovné přetoky, umístěné pod hladinou reakční směsi se při nevhodné konstrukci zanášejí úsadami.

Dalším problémem je vliv distribuce dob zdržení na výtěžek žádaného produktu. Hydrochlorid 4-nitrozodifenylaminu je nestálý a mění se na pryskyřice obsahující atomy

201 059

chloru vázané na uhlík a proto větší doba zdržení než optimální vede ke snížení výtěžku a zhoršení kvality produktu. Naopak při kratší době zdržení nestačí výchozí látka zcela zreagovat, což rovněž vede k nižším výtěžkům. Tvar distribuce dob zdržení závisí na konstrukci reaktoru, která je silně omezena nutností pracovat ve smaltovaném zařízení. Distribuci dob zdržení může též zhoršovat zpětné promíchávání ve spojovacím potrubí mezi jednotlivými reaktory kaskády.

Uvedené nedostatky odstraňuje zařízení pro kontinuální provedení přesmyku N-nitrozodifenylationu na 4-nitrozodifenylationu za přítomnosti chlorovodíku v prostředí směsi alifatického alkoholu s nepolárním rozpouštědlem v kaskádě reaktorů s míchadlem podle vynálezu, jehož podstatou je, že reaktory kaskády jsou spojeny vodorovným přetokovým potrubím, umístěným pod hladinou reakční směsi, přičemž délka přetokového potrubí je 2 až 4násobkem jeho vnitřního průměru, který odpovídá rychlosti proudění reakční směsi 1 až 10 cm s^{-1} , přičemž reaktory jsou opatřeny nejméně jednou narážkou umístěnou půdorysně pod úhlem 20 až 45 stupňů před hrdlem nebo hrdly přetokového potrubí, přičemž v přetokovém potrubí je možné umístit clonu s volným průřezem 5 až 20 % průřezu potrubí.

Upravením kruhových narážek do reaktoru se zajistí zvýšení turbulence reakční směsi, čímž se zamezí nalepování krystalků na stěny zařízení. Jestliže je spojovací potrubí mezi reaktory krátké a dostatečného průřezu, zasahuje do něho z obou stran míchací efekt míchadla. V dlouhém spojovacím potrubí se kapalina uklidní a potrubí se ucpé. Turbulence v přetokovém potrubí se zlepší, jestliže se do vhodné vzdálenosti před přetok ve směru otáčení míchadla umístí narážka. Narážky zlepšují též promíchávání ve vertikálním směru a zužují tak interval dob zdržení.

Tendence k nalepování krystalků se snižuje s rostoucí konverzí výchozí látky a největší nebezpečí hrozí proto v prvním a druhém reaktoru kaskády. V zařízení pro přesmyk N-nitrozodifenylationu podle vynálezu je proto výhodné, aby reaktory s konverzí výchozí látky pod 80 % měly zvýšený výkon míchadla, vyjádřeno příkonem motoru 1,5 až 2,5 kW/m^3 reakčního objemu.

Při menším objemu výroby se musí volit nižší rychlost proudění reakční směsi v přetokovém potrubí a sice 1 až 3 cm s^{-1} , protože do úzkého potrubí turbulence méně zasahuje. V takovém případě se zvyšuje stupeň zpětného promíchávání mezi reaktory a tím se zhoršuje distribuce dob zdržení. V zařízení podle vynálezu je proto výhodné umístit do přetokového potrubí jednu clonu, jejíž volný průřez je 5 až 20 % průřezu potrubí. Je výhodné, aby byla clona zhotovena z teflonu, na který se krystalky velmi málo nalepují.

Uspořádání reaktorů, dimenze spojovacího potrubí a umístění narážek je znázorněno na přiloženém výkrese.

Příklad

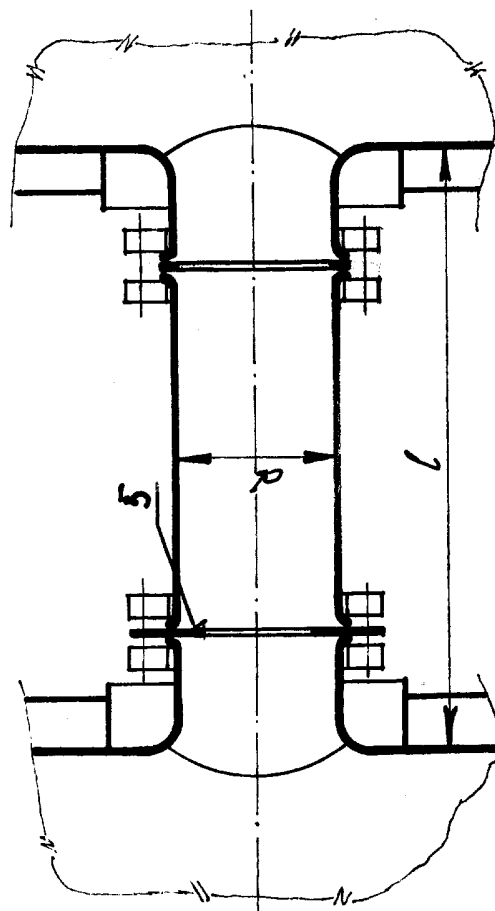
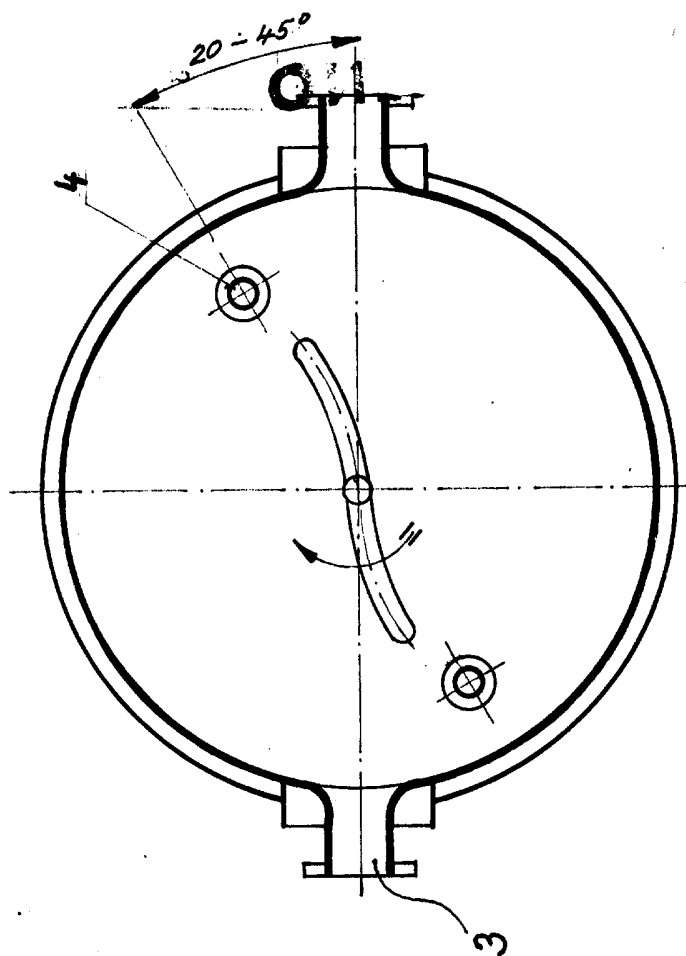
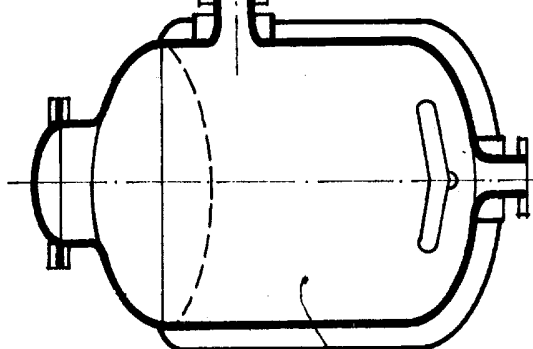
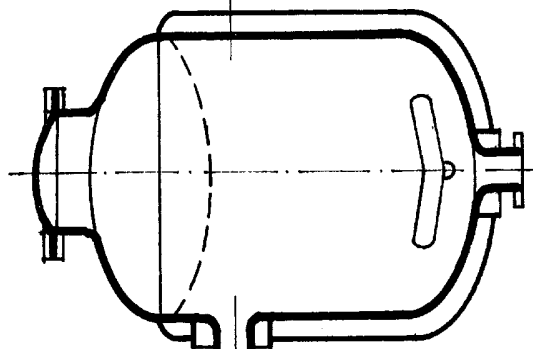
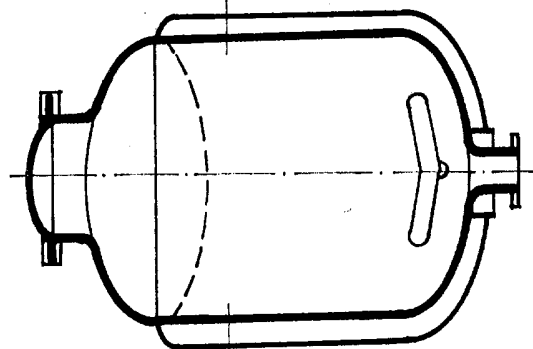
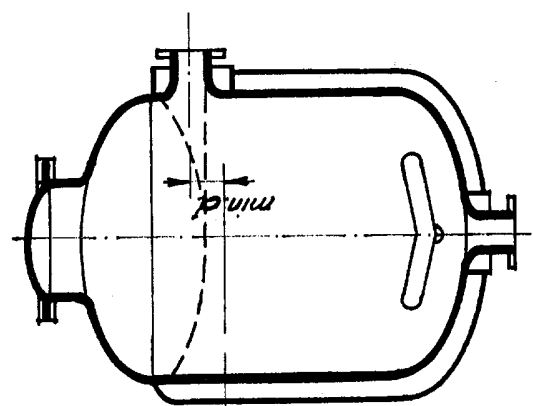
Do kaskády pěti smaltovaných reaktorů 1 opatřených míchadlem a dvěma narážkami 4 umístěnými půdorysně pod úhlem 30 stupňů před protilehlými hrdly 3 přetokových potrubí 2 se nastříkuje 38% roztok N-nitrozodifenylationu v toluenu a 30% roztok chlorovodíku v me-

tanolu. Poměr obou surovinových proudů je takový, aby se dosáhlo molárního poměru chlorovodík HCl/N-nitrodifenylamin = 1,45. Účinný objem jednoho reaktoru 1 je 6 m³, nástřik N-nitrozodifenylaminu jako čisté složky je 900 kg za hodinu. Reaktory 1 jsou spojeny potrubím 2 o vnitřním průměru 200 mm a délce 60 mm. Příkon motoru míchadla je 11 kW. Chlazením v duplikátorech reaktorů 1 se udržuje reakční teplota na 20 až 25 °C. Ze zvýšeného přepadu posledního reaktoru 1 kaskády přepadá reakční směs na další zpracování.

Vyjmutím 4-nitrozodifenylaminu do nadbytečného roztoku hydroxidu sodného, oddělením toluenové fáze a vysrážením vodného roztoku sodné sole kyselinou se získá 4-nitrozodifenylamin ve výtěžku 93 %, počítáno na N-nitrozodifenylamin. Čistota získaného produktu je vyjádřena obsahem chloru 0,2 % a teplotou tání 141 až 144 °C.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Zařízení pro kontinuální provedení přesmyku N-nitrozodifenylaminu na 4-nitrozodifenylamin za přítomnosti chlorovodíku v prostředí směsi alifatického alkoholu s nepolárním rozpouštědlem v kaskádě reaktorů s míchadlem, v y z n a č e n é t í m , že reaktory /1/ kaskády jsou spojeny vodorovným přetokovým potrubím /2/, umístěným pod hladinou reakční směsi, přičemž délka přetokového potrubí /2/ je dvou až čtyřnásobkem jeho vnitřního průměru, který odpovídá rychlosti proudění reakční směsi 1 až 10 cm s⁻¹, přičemž reaktory /1/ jsou opatřeny nejméně jednou narážkou /4/ umístěnou půdorysně pod úhlem 20 až 45 stupňů před hrdlem nebo hrdly /3/ přetokového potrubí /2/.
2. Zařízení podle bodu 1, v y z n a č e n é t í m , že v přetokovém potrubí /2/ je umístěna clona /5/ s volným průřezem 5 až 20 % průřezu potrubí /2/.



Vytiskly Moravské tiskářské závody,
provoz 12, Leninova 15, Olomouc

Cena : 2,40 Kč s