



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

249484

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.⁴

C 07 C 39/06,
C 02 F 1/38

/22/ Prihlášené 30 08 85
/21/ PV 6201-85

(40) Zverejnené 14 08 86

(45) Vydané 15 12 87

(75)
Autor vynálezu

POOŘ ROBERT ing., CSC., ZERVAN IVAN ing., ŽITŇANSKÝ JOZEF ing.,
LACKO JURAJ, BRATISLAVA

(54) Spôsob získavania 3-metyl-4-nitrofenolátu sodného z odpadného roztoku

Spôsob získavania 3-metyl-4-nitrofenolátu sodného z odpadného roztoku po filtrácii jeho suspenzie, pri ktorom sa filtrát prečerpáva cez hydrocyklon pri teplote

25°C a pH 6,5 až 8, v ktom sa odlučujú jemné čiastočky 3-metyl-4-nitrofenolátu sodného a ktoré vo forme zahusteného roztoku sa vracajú späť do procesu kryštalizácie.

Vynález sa týka spôsobu získavania 3-metyl-4-nitrofenolátu sodného z odpadného filtrátu po izolácii suspenzie 3-metyl-4-nitrofenolátu sodného. Odpadný filtrát získaný po izolácii suspenzie 3-metyl-4-nitrofenolátu sodného sa prečerpáva cez hydrocyklon, kde sa odlučovacou schopnosťou zachytáva 3-metyl-4-nitrofenolát sodný.

3-metyl-4-nitrofenolát sodný je významným medziproduktom pri rôznych organických syntézach napr. pri výrobe insekticídneho prípravku 0,0-dimetyl-0-3-metyl-4-nitro-fenyl-tiofosfát.

3-metyl-4-nitrofenolát sodný sa môže vyrábať napríklad nitrozáciou m-krezolu dusitanom sodným v prostredí kyseliny sírovej pri znížených teplotách, pričom sa získa 3-metylnitrozofenol, ktorý sa v ďalšom technologickom stupni oxiduje kyselinou dusičnou pri teplotách 40 až 45 °C.

3-metyl-4-nitrofenol sa získa izoláciou z reakčnej zmesi. Ďalej sa 3-metyl-4-nitrofenol neutralizuje roztokom hydroxidu sodného pri teplotách 60 až 90 °C, kryštalizuje ochladením a vytesňuje z roztoku chloridom sodným alebo uhličitanom sodným. Ďalej sa 3-metyl-4-nitrofenolát sodný izoluje z vodnej suspenzie.

Takto získaný 3-metyl-4-nitrofenolát sodný sa upotrebuje v ďalších technologických stupňoch. Filtrát sa zhromažďuje v sedimentačnom zásobníku a po vysedimentovaní sa spodná vrstva odpúšťa do chemickej kanalizácie, čo je nevýhodou, pretože obsahuje 0,5 až 15 g/l jemne rozptýleného tuhého i z časti rozpustného 3-metyl-4-nitrofenolu v odpadnom filtráte, ktorý sa získa spôsobom popísaným v predchádzajúcej časti.

Po filtrácii kryštalickej suspenzie 3-metyl-4-nitrofenolátu sodného odtieká odpadný filtrát s priemerným obsahom 0,5 až 15 g/l 3-metyl-4-nitrofenolátu sodného v závislosti od spôsobu vedenia technológie výroby 3-metyl-4-nitrofenolu i v závislosti od stupňa nasýtenia roztoku hydroxidom sodným alebo uhličitanom sodným. Na množstvo rozpusteného 3-metyl-4-nitrofenolu vplyva i teplota a pH roztoku.

Uvedené nevýhody odstraňuje spôsob získania 3-metyl-4-nitrofenolu sodného z odpadného roztoku po filtrácii suspenzie podľa vynálezu, ktorého podstatou je to, že sa filtrát získaný po izolácii 3-metyl-4-nitrofenolátu sodného prečerpáva cez hydrocyklon pomocou prídavného čerpadla za konštantnej prietokovej rýchlosti, kde sa odlučovacou schopnosťou cyklonu zachytáva rozptýlená sodná soľ 3-metyl-4-nitrofenolátu, ktorá sa vracia v zahustenej forme do procesu kryštalizácie 3-metyl-4-nitrofenolátu sodného.

Matečné lúhy z hydrocyklonu zbavené sodnej soli 3-metyl-4-nitrofenolátu sodného odchádzajú do chemickej kanalizácie a ďalej na chemickú a biologickú čistiareň. Je výhodné, ak teplota vstupujúceho filtrátu do cyklona obsahujúca jemne rozptýlený 3-metyl-4-nitrofenolát sodný nepresiahla 35 °C a pH prostredia bolo v oblasti 6,5 až 8, výhodne 7,5. Ďalej sa zahustený 3-metyl-4-nitrofenolát sodný recirkuluje /vracia/ späť do procesu kryštalizácie 3-metyl-4-nitrofenolátu sodného.

P r í k l a d

Pri výrobe 3-metyl-4-nitrofenolátu sodného sa po izolácii 3-metyl-4-nitrofenolátu sodného oštieňovaním získalo 6 200 l filtrátu, ktorý sa zhromažďoval v 16 m³ sedimentačnej nádobe. Filtrát z 3 nádob sa spojil a po vysedimentovaní sa horná vrstva v množstve 15 tis. l, obsahujúca 8 g/l sodnej soli 3-metyl-4-nitrofenolátu sodného pri teplote 25 °C a pH 7,8, dávkovala prídavným čerpadlom za konštantnej prietokovej rýchlosti do hydrocyklonu, ktorý bol umiestnený nad kryštalizačným kotlom. Silne zahustený roztok 3-metyl-4-nitrofenolátu sodného sa priamo dostane do kryštalizačného kotla, pričom po stanovení sušiny - obsahu účinnej látky 3-metyl-4-nitrofenolátu sodného a jeho čistoty sa získalo 120 kg 3-metyl-4-nitrofenolátu sodného. Matečný roztok z hydrocyklonu sa ďalej nespracovával.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob získavania 3-metyl-4-nitrofenolátu sodného z odpadného oroztoku po filtrácii kryštalickej suspenzie 3-metyl-4-nitrofenolátu sodného vyznačený tým, že odpadný roztok sa prečerpáva pri teplote 25 °C a pH 6,5 až 8 cez hydrocyklon, kde sa matečné lúhy oddeľujú a zachytená sodná soľ 3-metyl-4-nitrofenolátu sa v zahustenej forme vracia do procesu kryštalizácie.