



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

212 819

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 31 03 80
(21) PV 2228 - 80

(51) Int. Cl.³

// C 07 C 79/46

// (C 07 C 79/46, 76/06)

C 07 C 101/56

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

(75)

Autor vynálezu VESELÝ VÁCLAV ing., PRAHA

(54) Způsob čištění p-nitrobenzoové kyseliny

Způsob čištění p-nitrobenzoové kyseliny používané jako barvářský meziprodukt pro výrobu kyseliny p-aminobenzoové. Vodný roztok sodné soli p-nitrobenzoové kyseliny obsahující p-nitrotoluen se čistí rektifikací parou o teplotě 120 až 160 °C tak, že roztok sodné soli p-nitrobenzoové kyseliny uvádí před rektifikací ve styk s granulovaným aktivním uhlím v poměru p-nitrotoluen: aktivnímu uhlí 1 : 20 při teplotě 40 až 70 °C.

Vynález se týká způsobu čištění p-nitrobenzoové kyseliny. Kyselina p-nitrobenzoová je důležitým barvářským meziproduktem k výrobě p-aminobenzoové kyseliny. Para-aminobenzoová kyselina se vyrábí redukcí p-nitrobenzoové kyseliny v kyselém prostředí železem za teploty 80 až 90 °C. Nevýhodou tohoto postupu je značné množství odpadu ve formě oxidů železa.

Dalším způsobem přípravy p-aminobenzoové kyseliny je katalytická hydrogenace kyseliny p-nitrobenzoové, při níž se toluen nebo p-aminotoluen neseparují a tak přecházejí do produktu a znečišťují jej. Proto se před redukcí roztok sodné soli p-nitrobenzoové kyseliny stripuje parou a tímto způsobem se odstraňuje přítomný p-nitrotoluen. Při stripování těchto malých množství parou z kotle do kotle je však značná spotřeba páry (převyšuje řádově teoretickou spotřebu). Pro zvýšení efektu dělení je navrženo použití rektifikace. Při tomto způsobu je spotřeba páry 150 až 200 g na 1 g separovaného p-nitrotoluen.

Nyní bylo zjištěno, že mnohem menší energie je třeba při způsobu čištění p-nitrobenzoové kyseliny způsobem podle vynálezu.

Způsob čištění p-nitrobenzoové kyseliny rektifikací vodného roztoku p-nitrobenzoové kyseliny obsahující p-nitrotoluen parou o teplotě 120 až 160 °C spočívá podle vynálezu v tom, že se roztok sodné soli p-nitrobenzoové kyseliny uvádí před rektifikací ve styk s granulovaným aktivním uhlím v hmotnostním poměru p-nitrotoluen: aktivnímu uhlí 1 : 20, při teplotě 40 až 70 °C.

Níže uvedený příklad provedení ilustruje způsob podle vynálezu:

V adsorpční koloně o průměru 0,08 m je náplň 1 kg aktivního granulovaného uhlí "Supersorbon". Kolona je izolována. Vodný roztok sodné soli p-nitrobenzoové kyseliny o obsahu 0,58 % hm. p-nitrotoluen a 32 % hm. p-nitrobenzoátu sodného byl při teplotě 90 °C nastříkovan na hlavu adsorpční kolony. Průtok kapaliny činil 2,8 l/h. Teplota kapaliny na výstupu z adsorpční věže činila minimálně 65 °C. Po dobu 2 h 40 min z kolony vytékal produkt obsahující méně než 0,01 % hm. p-nitrotoluen (analýza byla prováděna chromatograficky). Po skončení adsorpce byla kolona propařena parou o teplotě 150 °C. Kondenzát byl jímán ve frakcích a analyzován obsah p-nitrotoluen. Byla stanovena spotřeba páry na desorpci 1 g p-nitrotoluen v rozmezí 50 až 60 g vody. Dále bylo zjištěno, že při regeneraci aktivního uhlí není třeba je vysoušet, ale je možné okamžitě po desorpci zahájit adsorpci. Tím se sníží opět náklady na provoz. Kondenzát při desorpci se rozdělí na dvě fáze. Spodní vrstva je prakticky čistý p-nitrotoluen, který se vrací do procesu oxidace jako recykl a vodná fáze se používá k přípravě sodné soli p-nitrobenzoové kyseliny.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob čištění p-nitrobenzoové kyseliny rektifikací vodného roztoku sodné soli p-nitrobenzoové kyseliny obsahujícího p-nitrotoluen parou o teplotě 120 až 160 °C, vyznačený tím, že se uvedený roztok sodné soli p-nitrobenzoové kyseliny uvádí před rektifikací ve styk s granulovaným aktivním uhlím v hmotnostním poměru p-nitrotoluen : aktivnímu uhlí 1 : 20, při teplotě 40 až 70 °C.