

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

240630

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.⁴

C 07 C 79/10

(21) Přihlášeno 25 05 84
(22) PV 3930-84

(40) Zveřejněno 16 07 85

(45) Vydáno 15 09 87

(75)

Autor vynálezu

KONEČNÝ LUBOŠ ing., PARDUBICE

(54) Způsob čištění 2-chlor-4-nitrotoluenu

Způsob čištění 2-chlor-4-nitrotoluenu, který se používá k výrobě 4-amino-2-chlor-toluenu pro výrobu herbicidů. Podstata řešení spočívá v tom, že se tavenina surového produktu ochladí na teplotu 30 °C až 0 °C a při této teplotě se ponechá až 20 hodin, pak se postupně ohřeje na 56 až 62,5 °C a po 2 až 32 hodinách se zbývající krystalická hmota roztaví vyhřátím na 63 °C až 95 °C. Odtékající kapalně podíly se jímají.

Vynález se týká způsobu čištění 2-chlor-4-nitrotoluenu, používaného k výrobě 4-amino-2-chlortoluenu, který je polotovarem pro výrobu herbicidů.

Dosavadní známé způsoby výroby 2-chlor-4-nitrotoluenu se liší navzájem nejen způsobem získání surového produktu, ale i způsobem přečištění tohoto produktu. Způsoby rafinace surového produktu parovodní destilací jsou nevýhodné zejména z důvodů vysoké spotřeby páry, chladicí vody a odpadajícího toxického produktu v odpadních vodách. Nevýhodou čištění surového produktu frakční vakuovou destilací je opět vysoká spotřeba páry a chladicí vody a nebezpečí explozivního rozkladu destilačního zbytku v důsledku jeho nízké termické stability. Surový produkt rafinovaný vypocováním je nízké kvality vlivem nevhodného teplotního režimu.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob čištění 2-chlor-4-nitrotoluenu podle vynálezu od průvodních sloučenin vznikajících při jeho výrobě, jehož podstata spočívá v tom, že tavenina surového 2-chlor-4-nitrotoluenu se během 6 až 20 hodin ochladí z teploty 75 °C až 55 °C na teplotu 30 °C až 0 °C, krystalická masa se ponechá na této teplotě po dobu 0,5 až 20 hodin, pak se během 10 až 45 hodin rovnoměrně vyhřeje na teplotu 56 °C až 62,5 °C, při které se ponechá po dobu 2 až 32 hodin, přičemž kapalně podíly odtékající z krystalické hmoty působením gravitace a/nebo tlakového spádu v teplotním rozmezí od 0 °C až 30 °C do 56 °C až 62,5 °C se jímají, načež se zbývající krystalická hmota 2-chlor-4-nitrotoluenu roztaví vyhřátím na teplotu 63 °C až 95 °C.

Způsobem podle vynálezu se postupuje tak, že tavenina surového 2-chlor-4-nitrotoluenu, získaná chlorací 4-nitrotoluenu a eventuálně vakuovou nebo parovodní destilací produktu chlorace, se během 6 až 20 hodin ochladí z teploty 75 °C až 55 °C na teplotu 30 °C až 0 °C a při této teplotě se pak ponechá vzniklá krystalická hmota po dobu 0,5 až 20 hodin. Od počátku nebo od konce této teplotní výdrže se počne jímát první frakce kapalných podílů, vytékajících z krystalické hmoty. Po ukončení teplotní výdrže se krystalická masa začne rovnoměrně vyhřívat během 10 až 45 hodin až do dosažení teploty 56 °C až 62,5 °C a při této teplotě se pak ponechá v teplotní výdrži po dobu 2 až 32 hodin. První frakce kapalných podílů, vytékajících z krystalické hmoty, se odebírá až do dosažení teploty 15 °C až 45 °C.

Tato frakce obsahuje největší množství nečistot a může být zpracována dále vakuovou destilací nebo parovodní destilací nebo opakovanou krystalizací z taveniny. Druhá frakce kapalných podílů se odebírá po dosažení teploty 15 °C až 45 °C a odběr se ukončuje současně s ukončením teplotní výdrže při teplotě 56 °C až 62,5 °C. Druhá frakce se svým složením přibližuje kvalitě surového 2-chlor-4-nitrotoluenu a je recyklována do procesu krystalizace z taveniny a frakčního vytavování. Po ukončení teplotní výdrže při teplotě 56 °C až 62,5 °C se zbylý krystalický skelet rafinovaného 2-chlor-4-nitrotoluenu roztaví vyhřátím na teplotu 63 °C až 95 °C. Odtok kapalných frakcí ze zpracovávané krystalické hmoty gravitací může být urychlen vytvořením nižšího tlaku v předloze, do níž jsou kapalně frakce jímány.

Použití nízkoteplotní techniky krystalizace z taveniny a frakčního vytavování pro rafinaci 2-chlor-4-nitrotoluenu umožňuje podstatné snížení energetických nákladů v porovnání s vakuovou nebo parovodní destilací. Nízké provozní teploty rovněž eliminují autokatalytické termické rozklady produktu a nečistot, ke kterým dochází v průběhu destilace. Tím je zaručena vyšší bezpečnost procesu a vyšší výtěžnost produktu ve srovnání s destilací.

Pro bližší objasnění podstaty vynálezu jsou dále uvedeny příklady provedení.

P ř í k l a d 1

Do plášťové skleněné trubice o vnitřním průměru 25 mm a délce 800 mm, vertikálně situované, ve spodní části opatřené kovovým sítkem a pryžovou zátkou, v horní části opatřené

teploměrem, programově temperované teplotnosným médiem cirkulujícím v plášti, bylo nadávkováno 264 g surového 2-chlor-4-nitrotoluenu o obsahu 94,2 % hmotnostních 2-chlor-4-nitrotoluenu. Surový 2-chlor-4-nitrotoluen byl vytemperován na teplotu 66 °C a pak během 6 hodin ochlazen na teplotu 20 °C. Po 30 minutách byla při teplotě 20 °C odstraněna ze spodní části trubice pryžová zátka a byl započat odběr I. frakce. Současně se započítím odběru I. frakce bylo započato s rovnoměrným výhřevem obsahu vnitřní trubice z teploty 20 °C na teplotu 62 °C který trval po dobu 38 hodin. Při teplotě 25 °C byl ukončen odběr I. frakce a bylo započato s odběrem II. frakce. Po dosažení teploty 62 °C následovala při této teplotě teplotní výdrž po dobu 4 hodin. Současně s ukončením této teplotní výdrže byl ukončen odběr II. frakce uzavřením spodní části trubice pryžovou zátkou. Pak byl zbývající krystalický skelet produktu v trubici roztaven vyhřátím na teplotu 68 °C.

Bylo získáno 160 g rafinovaného 2-chlor-4-nitrotoluenu o obsahu 99,63 % hmotnostních 2-chlor-4-nitrotoluenu, 82 g returní II. frakce o teplotě krystalizace 56,3 °C a 22 g odpadní I. frakce o obsahu 44,5 % hmotnostních 2-chlor-4-nitrotoluenu.

P ř í k l a d 2

Do ležaté železné válcové nádoby, opatřené horizontálně situovanými žebrovými trubkami, perforovaným dnem s výpustí, programově temperované teplotnosným médiem cirkulujícím v žebrovaných trubkách a dvou čelních válcových prostorech vymezených dvěma trubkovnicemi, bylo nadávkováno 57 kg surového 2-chlor-4-nitrotoluenu o obsahu 94,2 % hmotnostních 2-chlor-4-nitrotoluenu.

Surový 2-chlor-4-nitrotoluen byl vytemperován na teplotu 60 °C a pak během 10 hodin ochlazen na teplotu 18 °C. Po 1 hodině byla při teplotě 18 °C otevřena spodní výpust nádoby a byl započat odběr I. frakce kapalného odkapu. Současně se započítím odběru I. frakce bylo započato s rovnoměrným výhřevem obsahu krystalizátoru z teploty 18 °C na teplotu 61,5 °C, který trval po dobu 40 hodin. Při teplotě 26 °C byl ukončen odběr I. frakce a bylo započato s odběrem II. returní frakce. Po dosažení teploty 61,5 °C následovala při této teplotě teplotní výdrž po dobu 10 hodin. Současně s ukončením této teplotní výdrže byl ukončen odběr II. frakce uzavřením spodní výpustě krystalizátoru. Pak byl zbývající krystalický skelet produktu roztaven vyhřátím na teplotu 70 °C.

Bylo získáno 35 kg rafinovaného 2-chlor-4-nitrotoluenu o obsahu 99,7 % hmotnostních 2-chlor-4-nitrotoluenu, 17 kg returní II. frakce o teplotě krystalizace 57 °C a 5 kg odpadní I. frakce o obsahu 45 % hmotnostních 2-chlor-4-nitrotoluenu.

P Ř E D M Ě T V Y N Ā L E Z U

Způsob čištění 2-chlor-4-nitrotoluenu od průvodních sloučenin vznikajících při jeho výrobě, vyznačený tím, že tavenina surového 2-chlor-4-nitrotoluenu se během 6 až 20 hodin ochladí z teploty 75 °C až 55 °C na teplotu 30 °C až 0 °C, krystalická hmota se ponechá na této teplotě po dobu 0,5 až 20 hodin, pak se během 10 až 45 hodin rovnoměrně vyhřeje na teplotu 56 °C až 62,5 °C, při které se ponechá po dobu 2 až 32 hodin, přičemž kapalně podíly odtékající z krystalické hmoty působením gravitace a/nebo tlakového spádu v teplotním rozmezí od 0 °C až 30 °C do 56 °C až 62,5 °C se jímají, načež se zbývající krystalická hmota 2-chlor-4-nitrotoluenu roztaví vyhřátím na teplotu 63 °C až 95 °C.