



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

204080

(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 07 C 143/48

(22) Přihlášeno 24 09 79
(21) (PV 6431-79)

(40) Zveřejněno 30 06 80

(45) Vydáno 15 10 83

(75)

Autor vynálezu

ROMAN JAN ing., POSPÍŠIL MILAN ing.,
KONEČNÝ LUBOŠ ing., JANDA FRANTIŠEK ing., PARDUBICE a
CYPRIÁN KAREL ing. CSc., BOHDANEČ

(54) Způsob kontinuální přípravy 8-nitro-1,3,6-naftalendisulfokyseliny

1

Vynález se týká způsobu kontinuální přípravy 8-nitro-1,3,6-naftalendisulfokyseliny, která je mezistupněm při výrobě 1-hydroxy-8-amino-3,6-naftalendisulfokyseliny, zvané H-kyselina.

Dosavadní diskontinuální způsob nitrace se vyznačuje nízkou produktivitou práce, vysokou spotřebou energií a působí technologické potíže, zvláště poté, co je kontinualizován téměř celý výrobní řetězec H-kyseliny.

Nevýhody diskontinuálního způsobu výroby odstraňuje způsob kontinuální nitrace reakční směsi po trisulfonaci naftalenu obsahující hlavně 1,3,6-naftalendisulfokyselinu, kyselinou dusičnou nebo nitrační směsí obsahující kyselinu dusičnou podle tohoto vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že se nitrace provádí ve 2 až 4 za sebou zapojených, intenzivně míchaných a chlazených reaktorech při teplotách 35 až 50 °C. Reakční směs po trisulfonaci naftalenu je přiváděna do prvního reaktoru a nitrační kyselina nebo kyselina dusičná do prvního, případně dalších reaktorů.

Výhodou kontinuální nitrace je především zvýšení bezpečnosti práce při provádění silně exotermní reakce, zvýšení výtěžku a kvality výsledného produktu. Kontinuální proces vylučuje chyby obsluhy, sni-

2

žuje pracnost procesu i psychické zatížení pracovníků. Při využití samospádu odpadá přetlačování obsahu nitrátorů a navazuje se na další operace, jako je denitrace a vápnění, které je pak možno kontinualizovat. Kontinuální nitrace užívá ve srovnání s výrobou dosahovanou diskontinuálně podstatně menšího reakčního prostoru, a tudíž má nižší nároky na energie pro míchání, částečně i chlazení a potřebu obestavěného prostoru.

Pro objasnění podstaty vynálezu jsou dále uvedeny příklady provedení.

Příklad 1

Laboratorní aparatura ke kontinuální nitraci sestává ze tří Kellerových baněk o objemu 500 cm³ zapojených v sestupné gravitační kaskádě. Každá banka má kotvené míchadlo, teploměr, boční výpusť vymezující objem reakční směsi 400 cm³ a je ponořena do temperační lázně. První dva reaktory kaskády jsou vybaveny dávkováním nitrační kyseliny mikropumpou, do první banky je otápeným potrubím a otápenou mikropumpou dávkována z otápené skleněné odměrky reakční směs po sulfonaci naftalenu.

a) Reakční směs po trisulfonaci naftalenu o složení (uváděná procenta jsou hmotnostní)

trisulfokyseliny naftalenu	45,3 %
kys. sírová	48,3 %
voda	6,8 %

b) Nitrační kyselina o složení:

kyselina dusičná	85,8 %
kyselina sírová	11,9 %
voda	2,3 %

Do první a druhé baňky se napustí po 185,5 cm³ reakční směsi po trisulfonaci naftalenu, spustí se smíchání a za chlazení reakčních baněk vodou o teplotě 20 °C se mikropumpou nadávkuje celkem 22 cm³ nitrační kyseliny takovou rychlostí, aby teplota reakční směsi nepřesáhla 45 °C. Uvádění nitrační směsi trvá 20 až 40 minut podle intenzity chlazení. Poté se reakční směs míchá při teplotě 40 až 45 °C po dobu 1 hodiny od počátku dávkování nitrační kyseliny. Tím je aparatura připravena ke kontinuálnímu provozu.

Při kontinuálním provozu přichází do prvního reaktoru dávkovačem 195,5 cm³/h reakční směsi po sulfonaci, 15,2 cm³/h nitrační kyseliny, do druhého reaktoru dávkovačem 7,7 cm³/h nitrační kyseliny a přepadem z prvního reaktoru cca 212 cm³/h reakční směsi, do třetího reaktoru přepadem z druhého reaktoru cca 210 cm³/h reakční směsi. Ze třetího reaktoru přepadem odchází 209 cm³/h reakční směsi po nitraci.

Teplota se ve všech třech reaktorech udržuje v rozmezí 42 až 45 °C. Výstup u třetího reaktoru představuje produkci 146 g/h 8-nitro-1,3,6-naftalentrifosulfokyseliny 100%. Do nitrace vstupující reakční směs po sulfonaci odpovídá hmotovému toku 53 g/h naftalenu. Výtěžek 8-nitro-1,3,6-naftalentrifosulfokyseliny počítán na výchozí naftalen odpovídá 85,2 % teorie.

Příklad 2

Při použití laboratorní aparatury sestávající ze dvou baněk stejných jako v příkladu 1 a zachování postupu přípravy pro kontinuální provoz přichází do prvního reaktoru dávkovačem 156 cm³/h reakční směsi po sulfonaci naftalenu a 20 ± 0,5 cm³/h nitrační kyseliny, do druhého reaktoru přepadem z prvního reaktoru cca 174 cm³/h reakční směsi. Z druhého reaktoru odchází přepadem 173 cm³/h reakční směsi po nitra-

ci. Teplota se v obou reaktorech udržuje v rozmezí 45 až 47 °C. Reakční směs vystupující z druhého reaktoru reprezentuje produkci 115 g/h 8-nitro-1,3,6-naftalentrifosulfokyseliny 100%. Do nitrace vstupující reakční směs po sulfonaci odpovídá hmotovému toku 42 g/h naftalenu. Výtěžek 8-nitro-1,3,6-naftalentrifosulfokyseliny počítán na výchozí naftalen odpovídá 84,7 % teorie.

Příklad 3

Provozní aparatura ke kontinuální nitraci reakční směsi po trisulfonaci naftalenu sestává z následujících hlavních částí:

1. Zásobník reakční směsi po sulfonaci, objem 6,4 m³, opatřený míchadlem, chladícím pláštěm, teploměrem a automatickou regulací chlazení.

2. Zásobník nitrační kyseliny, objem 4 m³.

3. Kaskáda dvou reaktorů, z nichž každý má objem 2,5 m³, užitečný objem po 2 m³, opatřených účinným hrablovým míchadlem, chladícím pláštěm, teploměrem a bočním přepadem reakční směsi.

4. Poměrový dávkovač reakčních komponent s automatickou regulací dávkování v závislosti na teplotě nitrace.

5. Mezizásobník nitrační směsi po nitraci, objem 6,4 m³, opatřený pomaluběžným kotvovým míchadlem a chladícím pláštěm.

Reakční směs po sulfonaci naftalenu se v zásobníku 1 ochladí na 40 až 42 °C. Do prvního nitrátoru kaskády se dávkuje 381 litrů/h reakční směsi po trisulfonaci naftalenu a 30 litrů/h nitrační kyseliny poměrovým dávkovačem 4, přičemž teplota nitrované směsi za chlazení vodou kolísá v rozmezí 43 až 46 °C. Současně se dávkuje při dodržování stejné teploty do druhého reaktoru kaskády 15,2 litrů/h nitrační směsi. Do druhého reaktoru kaskády přepadá reakční směs z prvního reaktoru. Z druhého reaktoru kaskády natéká do mezizásobníku 5 412 litrů/h reakční směsi, která odtud natéká přepadem do dalšího zpracování.

Zařízení produkuje průměrně 258 kg/h 8-nitro-1,3,6-naftalentrifosulfokyseliny při zpracování 95 kg/h výchozího naftalenu. Výtěžek sulfonace a nitrace naftalenu přepočten na 8-nitro-1,3,6-naftalentrifosulfokyselinu je 84,1 % teorie. Výtěžky se pohybují v rozmezí 83,0 až 85,4 % teorie.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob kontinuální přípravy 8-nitro-1,3,6-naftalentrifokyseliny nitrací reakční směsí po trisulfonaci naftalenu obsahující hlavně 1,3,6-naftalentrifokyselinu, kyselinou dusičnou nebo nitrační směsí obsahující kyselinu dusičnou, vyznačující se tím, že se nitrace provádí ve 2 až 4 za sebou

zapojených, oddělených prostorách, při teplotách v rozmezí 35 až 50 °C za současného míchání a chlazení, přičemž je nitrovaná 1,3,6-naftalentrifokyselina přiváděna do prvního prostoru a nitrační kyselina do prvního a případně i do dalších prostorů nitrace.