



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

196 960

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 20 01 78
(21) PV 390-78

(51) Int. Cl.³ B 01 J 16/00

(40) Zveřejněno 31 07 79

(45) Vydáno 01 3 82

(75)

Autor vynálezu VOJÍŘ VLADIMÍR CSc. a HAJDA JIŘÍ ing., PARDUBICE

(54) Způsob řízení redukce nitrolátek kovy a zařízení k provádění tohoto způsobu

1

Vynález se týká způsobu řízení redukce nitrolátek kovy a zařízení k provádění tohoto způsobu.

Značná část výroby aromatických aminů je prováděna redukcí nitrolátek kovy, především železem.

Obvykle se postupuje tak, že se v reduktoru nejprve provádí aktivace redukovadla, například železných pilin a potom se postupně přidává nitrolátka. Přebytek nitrolátky v reakční směsi může způsobit vznik nežádoucího produktu. Proto je režim dávkování obvykle empiricky předem zajištěn, někdy se v průběhu procesu redukce provádí analytická kontrola za účelem zjištění stavu reakční směsi a podle výsledku rozhoduje o dalším přidávání nitrolátky, popřípadě redukovadla i o ukončení celé operace. Chemická kontrola složení reakční směsi se provádí obvykle v odebíraných vzorcích diazotačně, chromatograficky, polarograficky apod.

Nevýhodou tohoto postupu je obtížnost řízení procesu v optimálních podmínkách, neboť není okamžitá informace o složení reakční směsi, z reaktoru je nutno odebírat vzorky a provádět jejich analýzu kvalifikovanými pracovníky, výsledky analýz se získávají se zpožděním, takže není možno volit vhodný okamžik pro přidání další dávky, popřípadě volit optimální rychlost dávkování ani určit okamžik pro ukončení celé operace. Nelze dodržet požadovanou kvalitu produktu.

Podle uvedeného vynálezu byl nalezen způsob a zařízení k řízení a ukončování redukce nitrolátek kovy, které nemají zmíněných nedostatků. Podstata způsobu řízení a ukončování redukce

198 980

nitrolátek kovy podle vynálezu spočívá v tom, že dávkování nitrolátek popřípadě redukčního činidla do reakčního prostoru je řízeno signálem odvozeným z potenciálu, který zaujme v reakční směsi kovové redukční činidlo, snímaného pomocnou elektrodou, přičemž aktivní část pomocné elektrody je popřípadě vytvořena z kovu, který se přímo zúčastňuje redukčního procesu. Podstata zařízení pro provádění způsobu podle vynálezu spočívá v tom, že je tvořeno reaktorem, pomocnou elektrodou, srovnávací elektrodou, měřicím přístrojem pro snímání potenciálu pomocné elektrody a dávkovacím zařízením nitrolátky, popřípadě dávkovacím zařízením redukčního činidla. Pomocná elektroda může být popřípadě tvořena přímo tělesem reaktoru, popřípadě jeho částí.

Výhodou způsobu podle vynálezu je jednodušší sledování procesu redukce a zajištění optimální spotřeby obou reakčních komponent.

Na přiloženém výkresu je znázorněno zařízení podle vynálezu, kde 1 představuje reaktor, který obsahuje pomocnou elektrodu 2, srovnávací elektrodu 3 a míchadlo 7. Do reaktoru 1 ústí dávkovací zařízení 5 a 6, na které je přes převodníky 8 a 9 napojen přístroj 4. Výhodou vynálezu je okamžitá informace o stavu reakční směsi v reaktoru vyjádřená prostřednictvím elektrického signálu, který umožňuje optimální řízení procesu i při změnách rychlosti redukce ovlivněných difuzními pochody, změnou teploty, kvalitou nitrolátky, kvalitou redukčního činidla a způsobem jeho aktivace apod., to vše umožňuje získání kvalitního produktu s minimálně nutnou dobou operace. Odpadá odběr vzorků a jejich analýza v průběhu i při ukončování redukce, čímž se zvyšuje bezpečnost práce a kultura práce obsluhy. Zařízení je jednoduché, dostatečně přesné a spolehlivé. Změřený potenciál kovového redukčního činidla může být po zesílení využit k informaci přímo, s výhodou též jeho časová derivace a umožňuje snadnou automatizaci celého procesu. Níže uvedený příklad ilustruje provedení podle vynálezu.

Příklad

Do reaktoru o obsahu cca 10 l se předloží voda a vyhřeje se k varu. Za stálého míchání se přidávají železné piliny a kyselina chlorovodíková do koncentrace 0,6 M. Asi 1 hodinu se redukční činidlo aktivuje. Potom se přidá z dávkovače cca třetina teoretického množství dimetylnitroanilinu. Přidaná nitrolátka způsobí v reakční směsi výrazný posun potenciálu železných pilin k pozitivním hodnotám, který je zaznamenán. Podle toho, jak odreagovává dimetylnitroanilin na dimetyldiamin posouvá se potenciál železných pilin zpět k negativnějším hodnotám. Jakmile potenciál redukčního činidla dosáhne předem nastavené hodnoty, signál z měřicího přístroje způsobí přes převodník přidání další dávky dimetylnitroanilinu z dávkovače do reaktoru. Tento postup se automaticky opakuje až do nadávkování celého předloženého množství nitrolátky. V případě, že po určité době po nadávkování nedojde k očekávanému poklesu potenciálu, signál z měřicího přístroje uvede do činnosti dávkovací zařízení pro přidání rezervní dávky redukčního činidla. Proces se automaticky ukončí po poklesu potenciálu redukčního činidla k negativním hodnotám, popřípadě při dosažení určité hodnoty jeho časové derivace.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob řízení redukce nitrolátek kovy, vyznačený tím, že se redukce řídí signálem odvozeným z potenciálu, který zaujme v reakční směsi kovové redukční činidlo, popřípadě signálem odvozeným z jeho časové derivace, přičemž signál řídí dávkování reakčních komponent nebo indikuje ukončení reakce.
2. Zařízení pro provádění způsobu podle bodu 1, vyznačené tím, že je tvořeno reaktorem (1), pomocnou elektrodou (2), zasahující popřípadě do prostoru reaktoru (1) srovnávací elektrodou (3) zasahující do prostoru reaktoru (1), přičemž elektrody (2) a (3) jsou propojeny s měřícím přístrojem (4) pro snímání potenciálu kovového redukčního činidla prostřednictvím pomocné elektrody (2) a zařízení je dále opatřeno dávkovačem (5) nitrolátky, popřípadě dávkovačem (6) redukčního činidla.

1 výkres

