



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

212 823

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 02 04 80
(21) PV 2277 - 80

(51) Int. Cl.³

L/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
HOJER JINDŘICH ing., ČSt, PRAHA
NÝVL VĚLADIMÍR ing. ČSc., PARDUBICE

(54) Způsob čištění p-nitrobenzoové kyseliny

Způsob čištění p-nitrobenzoové kyseliny se provádí tak, že se vodný roztok sodné soli p-nitrobenzoové kyseliny s obsahem 0,5 až 5 % hm. p-nitrotoluenu uvede ve styk s tetrachlormetanem v množství 1 kg tetrachlormetanu na 2 až 7 kg sodné soli p-nitrobenzoové kyseliny při teplotě 30 až 60 °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 p-nitrobenzoové kyseliny, při níž se p-nitrotoluen nebo p-aminotoluen neseparují a tak přecházejí do produktu a znečišťují jej. Proto se roztok sodné soli p-nitrobenzoové kyseliny stripuje před redukcí parou a tímto způsobem se odstraňuje přítomný p-nitrotoluen. Při stripování parou je však značná spotřeba páry - 150 až 200 g na 1 g separovaného p-nitrotoluenu.

Předmětem čs.AO.212 819 (PV) je způsob čištění p-nitrobenzoové kyseliny tak, že se roztok sodné soli p-nitrobenzoové kyseliny před rektifikací adsorbuje na aktivní uhlí při teplotě 40 až 70 °C.

Nyní bylo zjištěno, že lze s velmi dobrým výsledkem čistit kyselinu p-nitrobenzoovou způsobem podle tohoto vynálezu. Způsob čištění p-nitrobenzoové kyseliny spočívá podle vynálezu v tom, že se vodný roztok sodné soli p-nitrobenzoové kyseliny o koncentraci 10 až 30 % hmot. s obsahem 0,5 až 5 % hmot. p-nitrotoluenu extrahuje tetrachlormetanem v hmot. poměru tetrachlormetan : sodné soli p-nitrobenzoové kyseliny 1 : (2 až 7) při teplotě 30 až 60 °C a destilací z extraktů se získá p-nitrobenzoové kyseliny.

Níže uvedený příklad provedení ilustruje způsob podle vynálezu:

Vodný roztok sodné soli p-nitrobenzoové kyseliny obsahující 1 až 3 % hmot. p-nitrotoluenu, vztaženo na sůl p-nitrobenzoové kyseliny, je nejprve extrahován v protiproudém extraktoru při teplotě 30 až 40 °C tetrachlormetanem.

Extrakční zařízení má 3 teoretická patra a odcházející extrakt má obsah p-nitrotoluenu nižší než 0,01 % hm. (cca 0,007 % hm). Rafinát obsahuje 2,5 až 3,5 % hm. p-nitrotoluenu a je destilací oddělován od rozpouštědla. Hlavní produkt při destilaci je čistý tetrachlormetan a je používán opět k extrakci. Patní produkt obsahuje vlhký p-nitrotoluen, který se po oddělení vody v děliči vrací zpět do oxidace. Extrakt není třeba stripovat, neboť neobsahuje prakticky žádné rozpouštědlo. Spotřeba páry na regeneraci rozpouštědla, vztažená na 1 g p-nitrotoluenu, činí 30 až 40 g vody.

P R Ě D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob čištění p-nitrobenzoové kyseliny, vyznačený tím, že se vodný roztok sodné soli p-nitrobenzoové kyseliny o koncentraci 10 až 30 % hm s obsahem 0,5 až 5 % hmot. p-nitrotoluenu extrahuje tetrachlormetanem v hmot. poměru tetrachlormetan : sodné soli p-nitrobenzoové kyseliny 1 : (2 až 7) při teplotě 30 až 60 °C a destilací z extraktu se získá p-nitrobenzoová kyselina.