



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

208085

(11)

(B1)

(22) Přihlášeno 28 01 80

(21) (PV 568-80)

(40) Zveřejněno 28 11 80

(45) Vydáno 01 12 82

(51) Int. Cl.³
C 07 B 29/00

(75)

Autor vynálezu

VÁŇA JAROSLAV ing. CSc. a
VESELÝ MILOSLAV ing., PARDUBICE

(54) Způsob sledování průběhu denitrace a určování jejího konce

Vynález se týká způsobu sledování průběhu denitrace a určování jejího konce při denitraci reakčních směsí po nitraci organických látek tak, že do reakční směsi nebo nad její hladinu se po zředění vodou při teplotě 50 až 100 °C přivádí pomocný plyn v němž se automatickou analýzou určuje koncentrace kyslíčků dusíku, která je mírou denitrace směsi. Ze záznamu koncentrace kyslíčků dusíku v nosném plynu lze sledovat průběh denitrace a určit kdy je denitrace ukončena.

V laboratorní a zejména v průmyslové praxi po nitraci organických látek, která se zpravidla provádí nitrační směsí tvořenou kyselinou dusičnou a kyselinou sírovou, se provádí denitrace. Denitrace má za účel odstranit zbytky vzniklé kyseliny dusité, vázané ve formě kyseliny nitrosylsírové, aby v dalších chemických operacích nedocházelo k nežádoucím chemickým reakcím, které by vedly ke zhoršování kvality, event. i výtěžku konečného produktu.

Denitrace reakční směsi se provádí po zředění vodou, přičemž dochází k samovolnému zvýšení teploty vlivem rozpouštějících tepel látek přítomných v reakční směsi a rozkladu kyseliny nitrosylsírové, což se projevuje vznikem kyslíčků dusíku. Další zahřívání reakční směsi se například provádí přímou vodní parou. Za účelem urychlení denitra-

ce se do reakční směsi zavádí pomocný plyn, nejčastěji vzduch, který vytěsňuje kyslíčnický dusík ze směsi. Když obsah kyslíčků dusíku v pomocném plynu klesne pod hodnotu, která odpovídá 0,01 % hmot. kyseliny dusité v reakční směsi, je denitrace pokládána za ukončenou.

Doposud se kontrola konce denitrace prováděla laboratorní analýzou, což je pracné a zdoluhavé.

Pro automatické sledování průběhu denitrace je znám například potenciometrický způsob měření při výrobě naftylaminosulfokyseliny. Měření se provádí tím způsobem, že do reakční směsi jsou ponořeny měrná Pt-elektroda a srovnávací elektroda chloridostříbrná. K měření signálu se používá elektronického zesilovače běžného při měření pH.

Popsaný způsob je nevýhodný tím, že měrná elektroda, zvláště v některých případech, se rychle pasivuje, mohou se na ní usazovat nečistoty a měřený signál potom neodpovídá průběhu denitrace a stanovení konce denitrace není dostatečně přesné, popřípadě měření zcela selhává.

Uvedené nedostatky odstraňuje způsob sledování průběhu denitrace a určování jejího konce v reakční směsi po nitraci organických látek, který podle tohoto vynálezu spočívá v tom, že reakční směs se zředí v poměru 1 : 1 pro rozložení kyseliny nitrosylsírové, teplota reakční směsi se udržuje na

hodnotě 50 až 100 °C, do zředěné reakční směsi, popřípadě nad její hladinu se přivádí pomocný plyn například vzduch a pomocný plyn, obohacený vytěsněnými kyslíčníky dusíku, se vede k automatické analýze vně reakční směsi.

Dále jsou uvedeny příklady sledování průběhu a určování konce denitrace v reakčních směsích podle vynálezu.

Příklad 1

Způsob sledování průběhu a určování konce denitrace reakční směsi při syntéze 1-nitronaftalen-3,6,8-trisulfonové kyseliny určené pro výrobu H-kyseliny.

Denitrace se provádí po zředění reakční směsi vodou v poměru 1 díl reakční směsi a 1 díl vody. Ředěním reakční směsi dochází k samovolnému ohřevu směsi, přičemž teplota se dále udržuje na hodnotě asi 80 °C přímým ohřevem vodní parou. Současně se do zředěné reakční směsi uvádí vzduch, který vytěsňuje kyslíčníky dusíku, které v proudu pomocného plynu jsou odváděny do odvodu nebo vodního skrubru. Potřebný objem pomocného plynu obohaceného kyslíčníky dusíku je veden do automatického analyzátoru. Tento analyzátor pracuje na potenciometrickém principu tak, že elektrolyt stéká po měrné platinové elektrodě, která je přes měřicí zařízení propojena s referenční chloridostříbrnou elektrodou ponořenou v elektrolytu. Kyslíčníky dusíku přicházející v proudu pomocného plynu – vzduchu absorbují se

v elektrolytu na měrné elektrodě a udělují elektrodě potenciál, který je přímo úměrný koncentraci kyslíčníků dusíku v pomocném plynu a je také úměrný koncentraci kyseliny dusité obsažené v denitrované směsi. Průběh poklesu koncentrace kyslíčníků dusíku v pomocném plynu odpovídá průběhu denitrace směsi. Klesne-li koncentrace kyslíčníků dusíku v pomocném plynu na hodnotu odpovídající 0,01 % hmot. kyseliny dusité v denitrované směsi, je denitrace pokládána za ukončenou.

Příklad 2

Sledování denitrace a určení konce denitrace při přípravě 1-nitronaftalen-3,6,8-trisulfonové kyseliny pomocí kolorimetrického analyzátoru.

Způsob sledování denitrace a určení konce denitrace je stejný jako v příkladu 1 s tím rozdílem, že koncentrace kyslíčníků dusíku se určuje kolorimetrickým analyzátozem. Pokles údaje analyzátoru na hodnotu odpovídající 0,01 % hmot. kyseliny dusité ve směsi je kritériem ukončení denitrace.

Předností vynálezu je zejména to, že zcela objektivně umožňuje sledování průběhu denitrace a určování konce denitrace, takže není nutné provádět laboratorní analytickou kontrolu. Konec denitrace může být i automaticky signalizován, např. světelně nebo akusticky. Doba denitrace se zpravidla zkracuje, protože se provádí pouze nezbytně potřebnou dobu. Vynález je snadno realizovatelný běžně dostupnými prostředky.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob sledování průběhu denitrace a určování jejího konce v reakční směsi po nitraci organických látek, vyznačený tím, že reakční směs se zředí vodou v poměru 1 : 1 pro rozložení kyseliny nitrosylsírové, teplota reakční směsi se udržuje na

hodnotě 50 až 100 °C, do zředěné reakční směsi popřípadě nad její hladinu se přivádí pomocný plyn například vzduch a pomocný plyn, obohacený vytěsněnými kyslíčníky dusíku, se vede k automatické analýze vně reakční směsi.