



Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 15.VI.1966 (P 115 124)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 25.I.1969

Kl. 12 q, 32/10

MKP C 07 c

91/64

UKD

Twórca wynalazku: dr inż. Adam Korczyński

Właściciel patentu: Politechnika Śląska (Katedra Elektrochemii Technicznej), Gliwice (Polska)

**Urządzenie do zubożniania roztworu p-aminofenolu
w kwasie siarkowym**

1

Przedmiotem wynalazku jest urządzenie do zubożniania roztworu p-aminofenolu, otrzymywanego w wyniku elektrolitycznej redukcji nitrobenzenu w środowisku kwasu siarkowego.

Zubożnianie tego roztworu ma za zadanie wydzielenie p-aminofenolu. W początkowej fazie zubożniania wydzielają się z roztworu zanieczyszczenia, a dopiero przy dalszym zubożnianiu krystaliczny p-aminofenol. Jednakże nie ma ostrej granicy między warunkami, w których wytrącają się zanieczyszczenia bądź produkt. Zanieczyszczenia są lżejsze od roztworu i wypływają na jego powierzchnię, a przy dostatecznie wysokiej temperaturze są one płynne i mogą nad fazą wodną utworzyć drugą ciekłą fazę organiczną. Pożądane jest zbieranie zanieczyszczeń z powierzchni roztworu w miarę ich wydzielania się, gdyż w wyniku intensywnego mieszania, które jest niezbędne do prowadzenia stopniowego i równomiernego zubożniania całej ilości roztworu istnieje możliwość porwania i wtórnego rozprowadzenia zanieczyszczeń w roztworze. Zanieczyszczenia te wykazując tendencje przywierania do pojawiających się w roztworze kryształów p-aminofenolu powodują znaczne straty produktu, ponieważ ogólnie stosuje się prymitywny sposób usuwania zanieczyszczeń przez zbieranie ich łyżkami z powierzchni płynu. Przy takim postępowaniu nieuniknione jest także usuwanie pewnej ilości roztworu, co również wpływa ujemnie na wydajność procesu.

2

Ponadto warstwa zanieczyszczeń uniemożliwia wizualną kontrolę procesu to jest obserwację powstawania i narastania kryształów w mieszanym roztworze. Stwierdzono, że przez odpowiednie skonstruowanie urządzenia do neutralizacji roztworu p-aminofenolu w kwasie siarkowym, można uniknąć wyżej wymienionych wad.

Według wynalazku stosuje się urządzenie wyposażone w układ cyrkulacyjny, wywołujący ciągły, jednokierunkowy ruch górnej warstwy roztworu, przy czym urządzenie to jest zaopatrzone w przeгородę przelewową, umieszczoną w miejscu do którego płynie górna warstwa roztworu. Dzięki takiemu ukształtowaniu urządzenia, zanieczyszczenia zostają usuwane z powierzchni w miarę powstawania, gdyż zbierają się przy krawędzi przelewowej i przelewają się przez nią.

Przez umieszczenie przeгородy przelewowej w komorze neutralizacyjnej zostaje wydzielona komora boczna, z której odprowadza się zanieczyszczenia. Pompa cyrkulacyjna zasysa ciecz z dolnej części komory neutralizacyjnej i tłoczy ją do rury poziomej, umieszczonej w komorze, przy ścianie przeciwległej względem przeгородy przelewowej. Z rury tej, umieszczonej na poziomie ustalonego menisku cieczy, tłoczony roztwór wypływa poprzez szereg otworów skierowanych ku przeгородzie przelewowej.

W głównej części naczynia stanowiącej komorę neutralizacyjną wiruje mieszadło rozprowadzając

alkaliczną ciecz dozowaną w celu zobojętniania roztworu. Dodatek cieczy wywołuje przelewanie się cieczy przez przegrodę. Do bocznej komory wraz z roztworem przelewają się zanieczyszczenia, które stały ruch górnej warstwy roztworu prowadzi ku krawędzi przelewowej.

W bocznej komorze, gdzie nie zachodzi mieszanie, panują znacznie lepsze warunki do ostrego rozdzielenia faz organicznej i wodnej. Roztwór, który zbiera się poniżej warstwy organicznej można ewentualnie okresowo lub ciągle odbierać i zwracać do głównej komory neutralizacyjnej.

W celu zwiększenia ilości przelewającej się cieczy, a tym samym lepszego usuwania zanieczyszczeń pojawiających się na powierzchni, można włączyć do obiegu cyrkulacyjnego ciecz wypływającą z dolnej części bocznej komory. Celowe jest przy tym prowadzenie tego roztworu przez separator znanej konstrukcji. Separator ten ma postać koryta zaopatrzonego w szereg przegród, z których jedno nie dochodzą dna, drugie zaś umieszczone z nimi na przemian są niższe, ale połączone z dnem. Ciecz musi płynąć po kolei pod jednymi i nad drugimi przegradami. Taki separator zabezpiecza przed dostaniem się zanieczyszczeń do pompy i przed ponownym ich rozmieszaniem w roztworze.

Urządzenie zaopatrzone w separator cieczy oraz w układ cyrkulacyjny połączony z komorą neutralizacyjną i komorą boczną stanowi odmianę urządzenia według wynalazku.

Po osiągnięciu fazy zobojętniania, w której wydzielanie zanieczyszczeń jest już ukończone i wytrącają się jedynie kryształy produktu, wygodniejsze jest wykańczanie krystalizacji w dowolnym znanym krystalizatorze, do którego spuszcza się czysty roztwór wraz z kryształami z urządzenia według wynalazku.

Urządzenie według wynalazku przedstawia rysunek schematyczny, na którym fig. 1 pokazuje przekrój urządzenia w płaszczyźnie pionowej przechodzącej przez obie komory, fig. 2 — widok urządzenia z góry, fig. 3 — widok z góry odmiany urządzenia, a fig. 4 — przekrój tej odmiany urządzenia w płaszczyźnie pionowej przechodzącej przez separator.

Urządzenie ma dwie komory 1 i 2 oddzielone od siebie przegrodą przelewową 3. Pompa 4 zasysa ciecz króćcem 5, a tłoczy króćcem 6 do rury 7 z otworami, z których wypływ symbolizują strzałki. Mieszadło 8 znajduje się w komorze 1. Do miejsca, w którym zachodzi najintensywniejsze

mieszanie jest doprowadzony przewód 9 do wprowadzania alkalicznej cieczy. Przewodem 9 może być również wał mieszadła 8 wewnątrz pustej. Obie komory są zaopatrzone w króćce spustowe 10 i 11.

Odmiana urządzenia przedstawiona na fig. 3 i 4 różni się tym od urządzenia przedstawionego na fig. 1 i 2, że jest dodatkowo wyposażona w separator 12 ogólnie stosowany, funkcjonalnie powiązany z komorą 2, przez który pompa 4 zasysa króćcem 5 roztwór z komory 2. Wobec tego króciec 5 jest tu umieszczony nie przy komorze 1, lecz przy separatorze 12.

Działanie urządzenia wyjaśnia rysunek. Różnica w działaniu odmiany urządzenia przedstawionej na fig. 3 i 4 w porównaniu z działaniem urządzenia przedstawionego na fig. 1 i 2 polega na tym, że pompa 4 zasysa ciecz z komory 2 i przesyła ją do komory 1 wobec czego ilość cieczy przelewająca się przez przegrodę 3 jest zwiększona o wydajność pompy. Ta odmiana urządzenia zapewnia istnienie przelewu nawet wówczas, gdy nie dodaje się cieczy alkalicznej. Nadaje się ona również do zobojętniania gazowym amoniakiem.

Zastrzeżenia patentowe

1. Urządzenie do zobojętniania roztworu p-aminofenolu w kwasie siarkowym zawierające komorę neutralizacyjną zaopatrzoną w mieszadło i przewód doprowadzający czynnik alkaliczny, **znamiennie tym**, że komora neutralizacyjna (1) jest trwale połączona przegrodą przelewową (3) z komorą (2) do odbierania zanieczyszczeń, przy czym komora (1) jest połączona z układem cyrkulacyjnym stanowiącym pompę (4), króciec ssący (5), króciec tłoczący (6), który jest zakończony rurą poziomą, odprowadzającą ciecz, umieszczoną w komorze (1) przy ścianie przeciwległej względem przegrody przelewowej (3), posiadającą otwory odpływowe, symetrycznie rozmieszczone wzdłuż tworzącej, a skierowane prostopadle do przegrody przelewowej (3) i umieszczonej na poziomie przelewu.
2. Odmiana urządzenia według zastrz. 1, **znamiennie tym**, że komora (2) jest dodatkowo trwale połączona z separatorem cieczy (12), oraz z układem cyrkulacyjnym, którego króciec ssący (5) umieszczony jest w dolnej części separatora.

