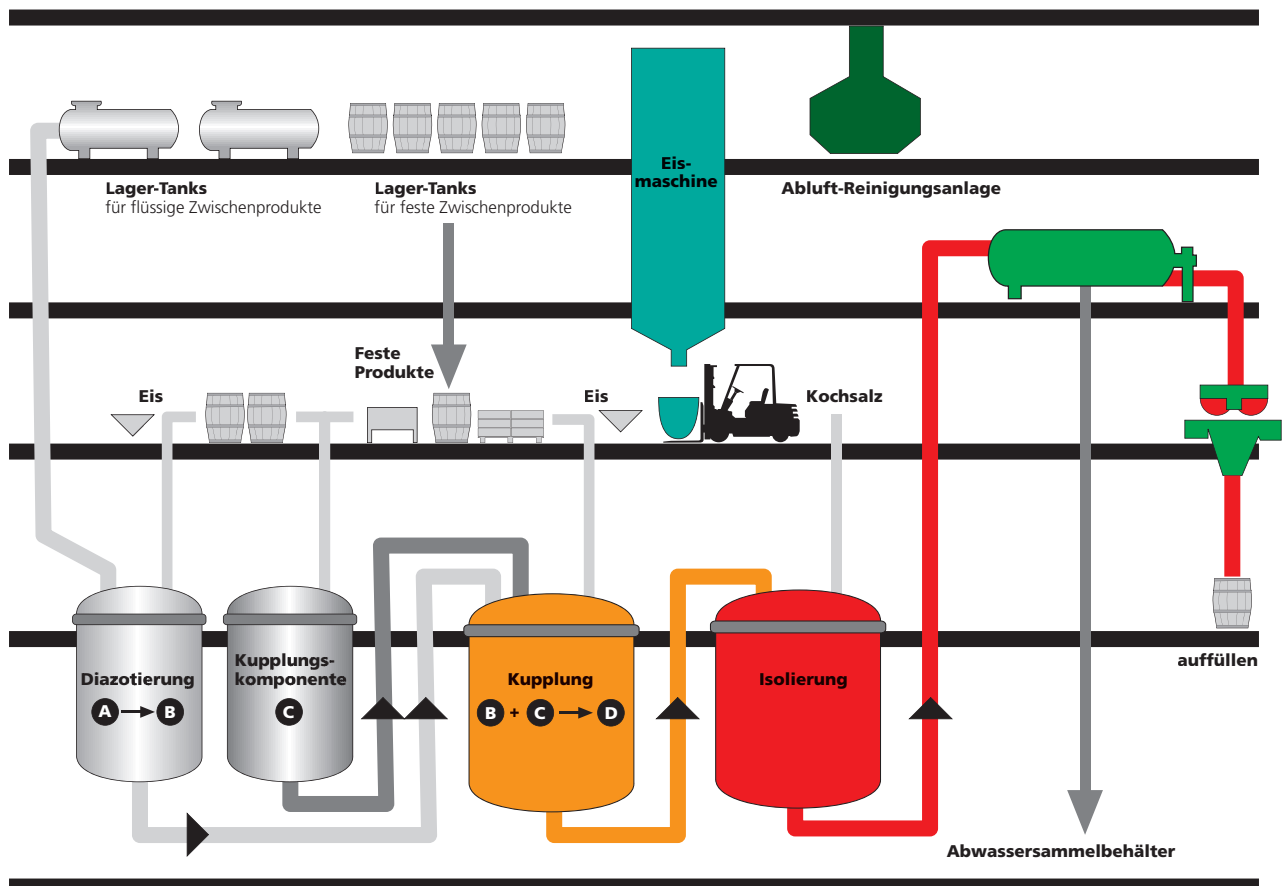


Applikationsbericht

pH-Messungen bei der Farbstoffsynthese

Azofarbstoffe

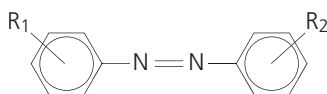
Das Verfahren



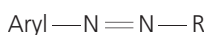
Der Hintergrund:

Azofarbstoffe bilden die zahlenmäßig größte Gruppe synthetischer Farbstoffe. Sie werden eingesetzt als Lebensmittelfarben, als Malerfarben, als Grundfarben für den Vierfarbendruck (gelb und magenta) sowie in großem Stil als Textilfarben. Weltweit werden über 350.000 t Azofarbstoffe allein für die Färbung von Naturfasern eingesetzt.

Kennzeichen der Azofarbstoffe ist die Diazogruppe, die zwei Molekülteile verknüpft:

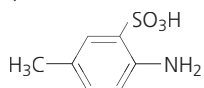


oder allgemeiner

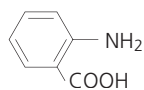


Die Diazobrücke verbindet die beiden Komponenten Aryl, die als Diazokomponente und R, die als Kupplungskomponente bezeichnet werden.

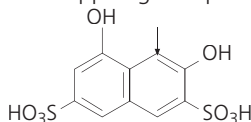
Moderne Diazokomponenten sind beispielsweise:



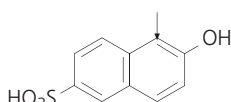
4B-Säure und



Anthranilsäure und Kupplungskomponenten:



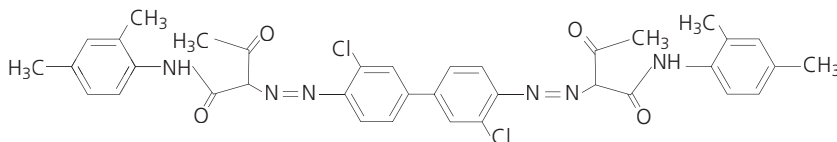
Chromotropsäure und



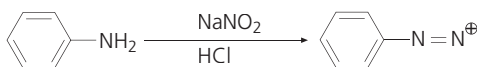
Schaeffersäure

Die Große Vielfalt der Azofarbstoffe erklärt sich aus der mehr oder weniger freien Variation der Substituenten sowohl bei der Diazo- als auch bei der Kupplungskomponente:

Beispiel für einen modernen Azofarbstoff:



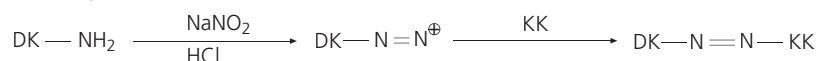
Die Startreaktion ist die Diazotierung in Gegenwart von Salzsäure und Natriumnitrit.



Anilin

Diazoniumsalz

oder allgemeiner:



Diazokomponente

Diazoniumsalz

p-Amino-azobenzol

KK = Kupplungskomponente

Die Reaktion ist pH abhängig, exotherm und wird mit Eis gekühlt. Das hochreaktive Diazoniumsalz reagiert (kuppelt) nun mit den gewünschten Kupplungskomponenten, Reaktionschritte, die ebenfalls pH abhängig sind und die Optimierung der Ausbeute des Verfahrens erfolgt über den pH-Wert. Die Mischung der Reaktanden erfolgt stöchiometrisch, die Feinregulierung erfolgt über den pH-Wert. An jedem Reaktorbehälter (Diazotierung und Kupplungen) ist daher eine pH-Messung erforderlich.

Da die Abgase der Reaktoren stark belastet sind (u.a. Salzsäure), werden diese über Gaswäscher gereinigt. Auch hier ist die pH-Messung essentiell (vgl. Applikationsblatt AB Gas V1 0305 de)

In weiteren Reaktionsschritten wird durch Zugabe von Natriumchlorid die Löslichkeit des Produktes herabgesetzt und ausgefällt. Durch weitere Waschvorgänge und den Einsatz von Filterpressen wird ein reines typischerweise in pastöser Form vorliegendes Produkt erhalten, welches in weiterverarbeitende Industrien eingesetzt wird.

■ Meßtechnische Anforderungen:

Farbstoffsynthesen moderner Anlagen laufen rund-um-die-Uhr in 4 Schichten.

Praktisch alle wesentlichen Reaktionsschritte sind pH-abhängig, so daß die Ausbeuteoptimierung der Produkte von einer zuverlässig arbeitenden und wenig wartungsintensiven pH-Messung abhängt. Die Diazotierung ist stark salzsauer und entsprechend korrosiv. Die Reaktoren sind zum Schutz mit Email ausgekleidet, die Kuppelungsreaktoren auch gummiert. Die Extrembedingungen für die Meßstelle sind $\text{pH} = 1$

Temperatur = $90\text{ }^{\circ}\text{C}$,

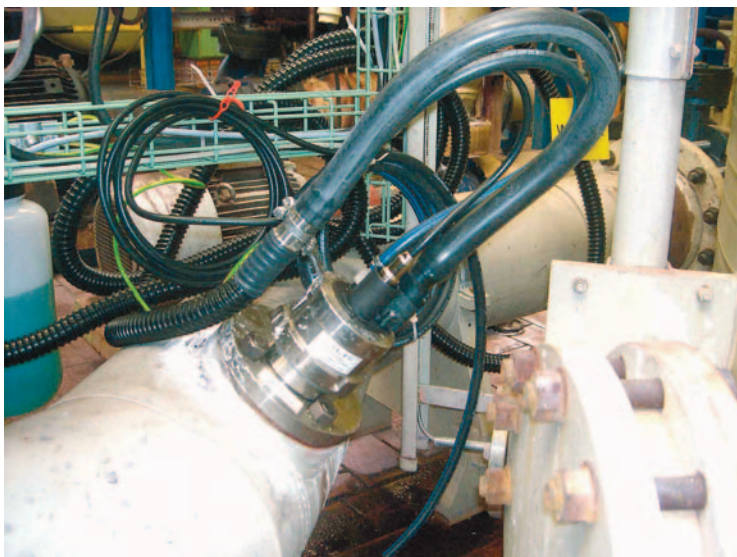
Druck = 6 bar. Die Lebensdauer der Elektroden beträgt zwischen 8 h und einigen Wochen.

Eine Automatisierung dieser Meßstellen benötigte bisher konventionelle Wechselarmaturen aus Hastelloy C4, trotzdem war der Wartungsaufwand dieser teuren Armaturen hoch. Mehrmals im Jahr mußten die Armatur ausgebaut und gewartet werden.

■ Die Lösung

Die Sensorschleuse Ceramat® WA 150 in Verbindung mit dem automatischen Reinigungs- und Kalibriersystem Unical® 9000 erlaubt eine volle Automation dieser schwierigen Meßstelle bei höchster Verfügbarkeit. Die Prozeßschleuse Ceramat® besteht aus einer praktisch korrosionsfesten, ultraharten hochpolierten, drehbaren Keramik und einem korrosionsbeständigen carbonverstärktem, aber nicht bewegten Kunststoff (PEEK)gehäuse. Die Ceramat® zeigt auch nach 24 Monaten Laufzeit keinerlei Verschleiß an Dichtungen oder anderen Teilen.

Keramische Sensorschleuse Ceramat®



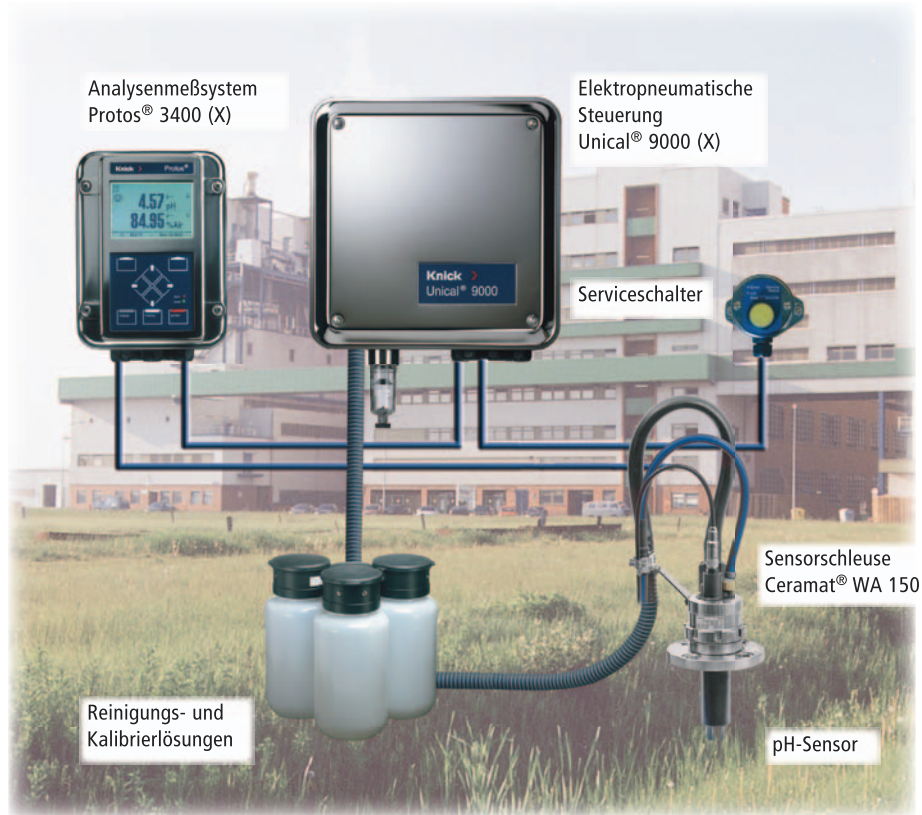
Typische pH-Meßstelle mit Ceramat®

Knick >

Knick
Elektronische Messgeräte
GmbH & Co. KG
Beuckestraße 22, 14163 Berlin
Telefon: +49 (0)30 - 801 91 - 0
Telefax: +49 (0)30 - 801 91 - 200
knick@knick.de · www.knick.de

Das komplette System:

- Höchste Verfügbarkeit
- Optimale Prozeßführung
- Niedrige cost of ownership



■ Verwendete Komponenten

Ceramat® Flansch DN 50
WA150 –N0AAA1-000

Unical® 9000-NC301222CN000-000

Protos® 3400C
mit Unical Modul PHU 3400-110

pH-Meßkette SE 533/2 (225 mm)

Sensorkabel VP ZU 0314

Pufferlösungen pH 4,01 ZU 0200,
pH 7,0 ZU 0201 und pH 9,21 ZU 0202