

URZĄD PATENTOWY w WARSZAWIE OPIS PATENTOWY

Nr 32069

Kl. 12 p. 10
MKP cořd 55/26

Gesellschaft für Chemische Industrie in Basel, Bazyleja

Sposób wytwarzania melaminy

Zgłoszono 3 października 1938

Udzielono 30 lipca 1943

Pierwszeństwo: 5 października 1937 (Szwajcaria)

Wiadomo, że podczas ogrzewania roz-
tworu dwucyjanodwuamidu w ciekłym
amoniaku w ciągu kilku godzin w tempe-
raturze 100°C tworzy się melamina [Fran-
klin J. Am. Chem. Soc. 44, 504/1922].
Jednakże wydajności, jakie można przy
tym otrzymywać, nie osiągają 30%. Możli-
wa je powiększyć według patentu szwaj-
carskiego nr 199784, jeżeli zastosuje się
mniejszą ilość amoniaku, niż potrzeba do
rozpuszczenia dwucyjanodwuamidu w tem-
peraturze pokojowej. Jeszcze większą
wydajność otrzymuje się według patentu
polskiego nr 26822, a mianowicie nawet do
100%, jeżeli poddaje się reakcji w przy-
bliżeniu równe części dwucyjanodwuami-
du względnie cyjanoamidu i ciekłego amo-
niaku w temperaturze około 160°C. W pro-

cesie tym wywiązują się na ogół ciśnie-
nia w przybliżeniu 200 atm, co wymaga
stosowania niedogodnych i kosztownych
aparatur odpornych na bardzo wysokie
ciśnienie.

Obecnie wykryto, że unikając tych wy-
sokich ciśnień można również otrzymy-
wać wydajności aż do 100%, jeżeli reak-
cję dwucyjanodwuamidu względnie cyja-
noamidu z dodatkiem ciekłego amoniaku
zapoczątkowuje się w temperaturach nie-
znacznie przewyższających 100°C, a na-
stępnie prowadzi do końca z jednoczes-
nym oddestylowywaniem amoniaku w
wyższej temperaturze, lecz pod ciśnieniem
znacznie niższym od 200 atmosfer.

Najlepsza postać wykonania tego spo-
sobu polega na tym, że najpierw zaczyna

się prowadzenie reakcji z dodatkiem ciekłego amoniaku w temperaturach około 80—110°C oraz pod ciśnieniem 10—50 atm, a korzystnie 20—40 atmosfer, a następnie utrzymując to ciśnienie odpędza się amoniak przy jednoczesnym albo późniejszym podniesieniu temperatury masy reakcyjnej do temperatury około 140—350°C. W razie takiego podniesienia temperatury w obecności amoniaku reakcja przebiega praktycznie biorąc do końca. Ponieważ przemiana dwucyjanodwuamidu względnie cyjanoamidu na melaminę jest reakcją silnie egzotermiczną, więc wysokość temperatury końcowej jest w znacznym stopniu zależna od stopnia przemiany we wstępnym okresie reakcji. Jeżeli np. tylko przez czas krótki utrzymywać temperaturę 100°C (do kilku godzin), to temperatura końcowa może samorzutnie osiągnąć przeszło 300°C. Jeżeli jednakże w temperaturze 100°C odbył się główny przebieg reakcji, trwający np. 18 godzin, to podczas reakcji egzotermicznej nie otrzymuje się już tak wysokich temperatur końcowych. Można przy tym mieć miejsce np. przypadek, że żadaną temperaturę końcową można osiągnąć jedynie przez doprowadzanie ciepła z zewnątrz. Korzystnie jednak prowadzi się reakcję końcową w temperaturze 150—300°C, ewentualnie doprowadzając ciepło z zewnątrz. W tym przypadku osiąga się do 100% wydajności melaminy, licząc w stosunku do użytej ilości dwucyjanodwuamidu względnie cyjanoamidu, bez konieczności stosowania aparatury odpornej na bardzo wysokie ciśnienie. Dzięki sposobowi według wynalazku można również otrzymywać tak samo dobre wydajności melaminy, jak według patentu polskiego nr 26822 już przy ciśnieniach roboczych znacznie niższych od 200 atmosfer, a mianowicie pod ciśnieniem 20—40 atmosfer.

Przykład. Do autoklawu o pojemności 600 litrów i o ciśnieniu roboczym 40 at-

mosfer, zaopatrzonego w mocne mieszadło, wprowadza się 225 kg dwucyjanodwuamidu oraz wtłacza 60 kg amoniaku. Autoklaw ogrzewa się w ciągu 4 godzin, mieszając i regulując temperaturę tak, aby nie przekroczyła ona 100°C, przy czym wywiązuje się ciśnienie 25—30 atmosfer. Następnie odpędza się większą część amoniaku i potem ogrzewa dalej autoklaw do temperatury płaszcza autoklawu 150°C. Wewnętrzna temperatura autoklawu zaczyna wtedy szybko wzrastać, przy czym amoniak odestylowuje się z taką szybkością, żeby ciśnienie nie przekroczyło 40 atmosfer. Temperatura końcowa, osiągnięta dzięki reakcji egzotermicznej, wynosi około 265°C. Autoklaw stygnie w ciągu kilku godzin, przy czym zawartość jego mieszana się w dalszym ciągu. Po ostatecznym odpędzeniu amoniaku otrzymuje się produkt w postaci drobnego szarego proszku, który można łatwo usunąć z autoklawu pneumatycznie. Zawiera on 98—100% melaminy.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania melaminy z dwucyjanodwuamidu albo cyjanoamidu z dodatkiem amoniaku ciekłego, znamienny tym, że reakcję z dodatkiem ciekłego amoniaku zapoczątkowuje się w temperaturach nieprzekraczających znacznie 100°C, a następnie prowadzi się do końca, oddestylowując amoniak, w temperaturze wyższej i pod ciśnieniem znacznie niższym od 200 atmosfer, najkorzystniej 10—50 atm.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że reakcję zapoczątkowuje się w temperaturze 80—110°C, a następnie prowadzi do końca w wyższej temperaturze, korzystnie między 150 a 300°C.

Gesellschaft für Chemische
Industrie in Basel
Zastępca: M. Skrzypkowski
rzecznik patentowy