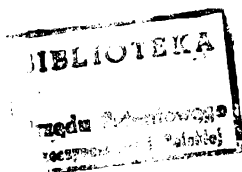


Warszawa, dnia 30 maja 1952 r.



C07d 55/26

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 34546

Kl. 12 p, 10

Główny Instytut Chemii Przemysłowej*)

(Warszawa, Polska)

Sposób otrzymywania melaminy

Udzielono z mocą od dnia 27 lutego 1950 r

Znane są liczne sposoby otrzymywania melaminy z dwucyjandwuamidu przez ogrzewanie tego ostatniego w autoklawach w obecności amoniaku lub obojętnego gazu pod zwiększonym ciśnieniem. W zależności od utrzymywanych warunków obok melaminy powstają zwykle zmienne ilości produktów ubocznych, tworzących trudne do usunięcia zanieczyszczenia melaminy. Przez dodatek dostatecznej ilości amoniaku i szybkie przeprowadzenie przemiany pod ciśnieniem kilkudziesięciu do stukilkudziesięciu atmosfer następuje praktycznie całkowita przemiana dwucyjandwuamidu w melaminę.

Bezpieczne przeprowadzenie tego procesu jest jednak trudne ze względu na to, że zapoczątkowanie reakcji następuje dopiero w temperaturze około 150 — 200°C, przy czym wydzielają się znaczne ilości ciepła, które powodują gwałtowny przebieg reakcji i również gwałtowne i znaczne podniesienie się temperatury i ciśnienia. W warunkach tych autoklaw może ulec rozerwaniu.

W celu uniknięcia tego niebezpieczeństwa stosowano różne sposoby, jak wytwarzanie zawie-

siny drobno zmielonego dwucyjandwuamidu w rozpuszczalniku obojętnym i stopniowe wtłaczanie jej do autoklawu, ogrzanego do temperatury reakcji i zawierającego odpowiednią ilość amoniaku lub rozpuszczenie dwucyjandwuamidu w ciekłym amoniaku i stopniowe wtłaczanie tego roztworu do utrzymywanego we właściwej temperaturze autoklawu.

Sposoby te wymagają stosowania znacznych ilości rozpuszczalnika lub amoniaku i charakteryzują się dość skomplikowaną aparaturą. Stwierdzono, że można uniknąć wyżej wymienionego niebezpieczeństwa, uprościć aparaturę i przebieg procesu oraz zmniejszyć ilość dodawanego amoniaku, jeżeli dwucyjandwuamid wprowadzić do autoklawu w otwartym naczyniu i po zamknięciu autoklawu i usunięciu zeń powietrza, napełnić go do kilku lub kilkunastu atmosfer obojętnym gazem, wprowadzić do dwucyjandwuamidu niewielką ilość amoniaku, podnieść ciśnienie do kilkudziesięciu atmosfer obojętnym gazem i ogrzać dno naczynia, w którym znajduje się dwucyjandwuamid do temperatury zapoczątkowania re-

*) Właściciel patentu oświadczył, że wynalazcami są Aleksander Pilc i Stefania Domanus w Warszawie.

akcji to jest do około 180—200°C. Wówczas na skutek wydzielającego się ciepła reakcji temperatura następnej warstwy dwucyjandwuamidu podnosi się powyżej temperatury niezbędnej dla zapoczątkowania reakcji, amoniak z dolnej warstwy destyluje do następnej i proces przebiega samorzutnie do końca, dając w efekcie melaminę o wysokiej czystości.

Przez odpowiednią izolację wewnętrznego naczynia można ilość ciepła traconego przez to naczynie i przenoszonego na ścianki autoklawu wydawnie zmniejszyć i spowodować, że temperatura ścianek właściwego autoklawu podczas szeregu kolejno przeprowadzonych procesów ulega powolnym i nieznacznym zmianom i przeciętnie utrzymuje się na niskim poziomie.

Ze względu na dość znaczną przestrzeń wolną w autoklawie i utrzymywanie temperatury ścianki autoklawu na niskim poziomie buforowość układu jest znaczna, dzięki czemu wzrosty ciśnienia są umiarkowane.

Drugą przyczyną umiarkowanego wzrostu ciśnienia jest zużywanie się znacznej części ciepła reakcji na podgrzanie dwucyjandwuamidu. Zamiast bezpośredniej izolacji wewnętrznego naczynia można nakryć je kloszem z cienkiej blachy i klosz ten izolować.

Pracując w ten sposób unika się skraplania amoniaku na pokrywie i bocznych ściankach autoklawu, uzyskując dalsze zmniejszenie zmian temperatury ścianek właściwego autoklawu.

Jak z tego widać istotą powyższego wynalazku jest zastosowanie oddzielnego otwartego naczynia do dwucyjandwuamidu i prowadzenie procesu w autoklawie pod zwiększonym ciśnieniem przez podgrzanie tylko części dwucyjandwuamidu do temperatury reakcji w obecności amoniaku i gazu obojętnego równocześnie.

Przykład. W autoklawie o pojemności 3 l

umieszczono na dnie grzejnik elektryczny. Na grzejniku ustawiono otwarte naczynie zawierające 1100 g dwucyjandwuamidu. Następne autoklaw zamknięto i po usunięciu powietrza napełniono go azotem do 10 atm, dodano 44 g amoniaku, doprowadzono ciśnienie azotem do 70 atm i ogrzewano dno naczynia z dwucyjandwuamidem do temperatury reakcji.

Z chwilą zapoczątkowania się reakcji, co poznawano po szybszym wzroście ciśnienia, ogrzewanie wyłączano. Po 15 minutach od tej chwili reakcja była zakończona.

Po otworzeniu autoklawu okazało się, że dwucyjandwuamid przereagował w całej masie dając krystaliczną melaminę o czystości przeciętnej 99,2%.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania melaminy z dwucyjandwuamidu, znamieny tym, że dwucyjandwuamid wprowadza się do otwartego naczynia, umieszczonego w autoklawie, i po zamknięciu autoklawu i usunięciu zeń powietrza napełnia go gazem obojętnym, doprowadzając ciśnienie do kilku lub kilkustu atmosfer po czym do dolnej części naczynia z dwucyjandwuamidem wprowadza się niewielką ilość amoniaku i ogrzewa dno naczynia do temperatury zapoczątkowania reakcji to jest do 180 — 200°C.
2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że ilość ciepła, odprowadzaną z naczynia z dwucyjandwuamidem, reguluje się przez ewentualne nałożenie na ścianki tego naczynia odpowiedniej warstwy izolacyjnej lub przez nakrycie go izolowanym kloszem.

Główny Instytut Chemii

Przemysłowej

Zastępca: inż. W. Zakrzewski

rzecznik patentowy