
Octrooiraad



⑩ A Terinzagelegging ⑪ 7905140

Nederland

⑲ NL

- ⑤4 **Werkwijze voor het winnen van cyanuurchloride (III).**
- ⑤1 Int.Cl³: C07D251/28.
- ⑦1 Aanvrager: Deutsche Gold- und Silber-Scheideanstalt vormals Roessler te Frankfort a.d. Main, Bondsrepubliek Duitsland.
- ⑦4 Gem.: Ir. H.M. Urbanus c.s.
Vereenigde Octrooibureaux
Nieuwe Parklaan 107
2587 BP 's-Gravenhage.

-
- ②1 Aanvraag Nr. 7905140.
- ②2 Ingediend 2 juli 1979.
- ③2 Voorrang vanaf 5 oktober 1978.
- ③3 Land van voorrang: Bondsrepubliek Duitsland (DE).
- ③1 Nummer van de voorrangsaanvraag: P 2843380 .
- ②3 - -
- ⑥1 - -
- ⑥2 - -

-
- ④3 Ter inzage gelegd 9 april 1980.

De aan dit blad gehechte stukken zijn een afdruk van de oorspronkelijk ingediende beschrijving met conclusie(s) en eventuele tekening(en).

Deutsche Gold- und Silber-Scheideanstalt vormals Roessler
Frankfort a/d Main
Bondsrepubliek Duitsland

Werkwijze voor het winnen van cyanuurchloride(III).

Cyanuurchloride, dat door trimerisatie van chloorcyaan met behulp van katalysatoren, vooral actieve koolstof, wordt gewonnen, is, zoals bekend, een zeer interessant tussenprodukt voor verschillende industriële sectoren, zoals de bereiding van kleurstoffen en produkten voor de textielindustrie, alsmede voor farmaceutica, produkten voor de landbouw, maar ook produkten voor de kunststof-, rubber- en springstofindustrie.

Cyanuurchloride wordt, zoals bekend, na de trimerisatie gasvormig verkregen, tezamen met niet-omgezet chloorcyaan en chloor, alsmede nevenprodukten.

Het was reeds lange tijd gebruikelijk, dit reactiegasmengsel direct in vaste cyanuurchloride om te zetten, b.v. door het inleiden van het gasmengsel in van buiten gekoelde ruimten (zie Ullmann, Enzyklopädie der technischen Chemie, 3e druk, 1954, band 5, blz. 624-625 en 4e druk 1975, band 9, blz. 652), of door het invoeren in een met water gekoelde kogelmolen volgens de werkwijze van het Amerikaanse octrooischrift 3.256.070.

Vast cyanuurchloride wordt in het algemeen poedervormig verkregen en wordt tot dusver gewoonlijk in deze vorm verder verwerkt.

Een nadeel van het vaste cyanuurchloride is echter de dikwijls niet eenvoudige hanteerbaarheid.

Bij het afvullen en opslaan, alsmede bij de verdere verwerking zijn veiligheidsmaatregelen noodzakelijk.

Bovendien is de afscheiding in vaste vorm ook met bepaalde technische moeilijkheden verbonden, omdat cyanuurchloride gedeeltelijk in de vorm van grove kristallen aan de wanden en in bouwsels van de afscheidingsvaten en afvoeraggregaten afzetten.

Deze grove kristallen moeten mechanisch worden afgeslagen

en leiden dan tot een duidelijke kwaliteitsverslechtering van het eindprodukt.

Om de afscheiding van grove kristallen te vermijden werden inerte koelvloeistoffen bij de afscheiding van het vaste cyanuurchloride via sproeimondstukken versproeid (zie het Duitse octrooischrift 1.266.308).

Daarbij traden echter korstvormingen op bij de sproeimondstukken en daardoor verstoppingen.

Om reden van de arbeidshygiëne en de milieubescherming, alsmede met het opkomen van steeds meer geautomatiseerde werkwijzen was het noodzakelijk om cyanuurchloride in een beter te hanteren en te verwerken vorm te winnen.

Daarvoor bood zich cyanuurchloride in vloeibare of opgeloste vorm aan. Het beschikbaar zijn van cyanuurchloride in opgeloste vorm vereist echter tamelijk grote kosten voor het beschikbaarstellen en terugwinnen van het oplosmiddel. Bovendien traden afvoergasproblemen op, die de werkwijzen extra gecompliceerd maakten (zie het Amerikaanse octrooischrift 3.539.565).

Ook moet het toegepaste oplosmiddel in elk geval worden gericht op de latere verwerkingsdoeleinden, en is de oplosbaarheid van het cyanuurchloride in de afzonderlijke oplosmiddelen sterk verschillend.

Voorts zijn er werkwijzen bekend, die gasvormig cyanuurchloride met behulp van een hulpvloeistof vloeibaar maken. Deze hulpvloeistof, zoals fosforoxychloride, dient om het uittreden van het cyanuurchloride uit de fractioneerkolom te verhinderen.

De toepassing van een zodanige hulpvloeistof vereist echter kostbare apparatuur voor de opwerking en recirculering van de toegepaste hulpvloeistof, alsmede voor het zuiveren van het afvoergas.

Bovendien is gebleken, dat soms doorbraken van de hulpvloeistof in de vloeibare cyanuurchloridefase tot aanzienlijke kwaliteitsverminderingen leiden.

Desondanks zal het op grond van het toenemende belang van het vloeibare cyanuurchloride en het hoge marktaandeel van poedervormig cyanuurchloride gewenst zijn, wanneer er een werkwijze beschikbaar zou zijn, volgens welke beide fasen in dezelfde inrichting en op een

eenvoudige wijze zouden kunnen worden gewonnen.

Doel van de uitvinding is aldus het verschaffen van een werkwijze voor het bereiden van cyanuurchloride, waarbij cyanuurchloride vergaand naar keuze in vloeibare of vaste vorm kan worden gewonnen.

5 Er werd nu gevonden, dat het cyanuurchloride continu uit het na de trimerisatie van chloorcyaan verkregen reactiemengsel in vaste of vloeibare vorm kan worden gewonnen, wanneer men het reactiegas-
mengsel in een inrichtingcombinatie, in hoofdzaak bestaande uit een
10 afdrijfkolom en een daaraan nageschakelde condensator, bij voorkeur een kopcondensator, bij voorkeur boven de afdrijfkolom inleidt, en de bodemvloeistof van de afdrijfkolom op kooktemperatuur van het cyanuurchloride houdt, waarbij men het in het reactiemengsel aanwezige
15 cyanuurchloride bij de afvoeropening van de condensator in het gebied van 146-190°C afkoelt en voor het winnen van het cyanuurchloride in vloeibare vorm het vloeibare cyanuurchloride bij het onderuiteinde van de afdrijfkolom als zodanig afvoert en/of direct of eventueel na een tussenopslag aan een sproeitorsen toevoert en daarin versproeit, waarna men het vaste, fijnverdeelde cyanuurchloride bij de bodem van de sproeitorsen wint.

20 Door het instellen van de temperatuur bij de afvoeropening van de condensator kan de hoeveelheid van de vloeibaar af te scheiden t.o.v. de hoeveelheid cyanuurchloride, die via de kop met het restgas wordt verkregen, worden ingesteld.

25 Des te lager deze temperatuur ligt, des te geringere hoeveelheden aan cyanuurchloride worden met het restgas verwijderd.

Dit restgas kan worden vernietigd of op een op zichzelf bekende wijze worden opgewerkt, b.v. door desublimatie.

30 Zoals bekend hangen de hoeveelheden aan niet-getrimeriseerd chloorcyaan, alsmede aan chloor en inerte gassen in het restgas af van de aard van de katalysator en daarmee van de omstandigheden, die in het trimerisatiegedeelte voor chloorcyaan heersen.

Als afdrijfkolom dienen gebruikelijke destilatiekolommen.

35 Als condensatoren worden bekende warmteuitwisselaars, bij voorkeur warmteuitwisselaars met buisbundels, toegepast. Deze condensatoren kunnen aan de aandrijfkolom hetzij zijn nageschakeld, hetzij

zoals vermeld, bij voorkeur als kopcondensatoren zijn aangebracht.

De warmteafvoer geschiedt bij voorkeur door bekende warmteoverdrachtsmedia.

5 Weliswaar is het mogelijk, het reactiegasmengsel direct in de afdrijfkolom toe te voeren, maar het is energetisch gunstig gebleken, het reactiegas boven de afdrijfkolom in de inrichtingcombinatie te leiden. Bijzonder gunstig is de inbouw van een tussenelement in de inrichtingcombinatie, en wel tussen de gastoevoer boven de afdrijfkolom en de condensator. In dit tussenelement ondergaat het te condenseren reactiegasmengsel een tussenkoeling, voordat het in de condensator komt.

Als sproeitors en afscheidingskamer kunnen gebruikelijke inrichtingen met lucht- of vloeistofkoeling worden gebruikt.

15 Als sproeiorgaan van de sproeitors dienen alle daarvoor geschikte apparaten, zoals sproeischotels, een- en tweestofsproeiers van verschillende bouwtypen, waaraan verschillende verstuiwingsprincipes ten grondslag kunnen liggen.

20 Het technische voordeel van de onderhavige werkwijze ligt op de eerste plaats, zoals reeds vermeld, in de flexibiliteit van de werkwijze, waarmee vloeibare en vaste hoeveelheden aan cyanuurchloride uit het reactiegasmengsel in aansluiting op de trimerisatie van chloorcyaan kunnen worden gewonnen.

25 Op de tweede plaats vereist de technisch gemakkelijk uitvoerbare werkwijze slechts weinige werkwijzetrappen, omdat de werkwijze zonder extra chemische hulpstoffen kan worden uitgevoerd.

Bovendien munten de eindprodukten uit door een grote mate van zuiverheid, en wat het vaste produkt betreft, door een bijzonder fijnkorreligheid en zelfs een verbeterde strooibaarheid.

30 Het vloeibare cyanuurchloride wordt bovendien bij voorkeur vrij van chloor en chloorcyaan gewonnen, b.v. door het uitdrijven van de opgeloste gassen uit het vloeibare cyanuurchloride.

35 Voorts werkt de werkwijze milieuvriendelijk, omdat de in de restgassen aanwezige schadelijke componenten, zoals chloor en chloorcyaan, door gebruikelijke wasprocédés kunnen worden verwijderd en eventueel weer in de chloorcyaanbereiding kunnen worden teruggevoerd.

De werkwijze volgens de uitvinding wordt aan de hand van de tekening en het voorbeeld nader toegelicht.

In de tekening wordt door de buisleiding 1 het oververhitte reactiegasmengsel, dat uit cyanuurchloridedamp en het restgas van chloor, chloorcyaan en inerte gassen, is samengesteld, en dat de hier niet getekende trimerisatiereactor verlaat, in de inrichtingcombinatie 2 geleid.

De inrichtingcombinatie bestaat uit de afdrijfkolom 2 b en de kopcondensator 2 c. Eventueel kan door tussenschuiving van het tussenelement 2 a de afkoeling van het dampmengsel op verzadigde damptemperatuur plaatsvinden, waarbij een gedeelte van het uit de condensator stromende cyanuurchloridecondensaat opnieuw verdampt.

Zonder tussenelement 2 a wordt het dampmengsel direct onderaan de condensator 2 c toegevoerd en daar afgekoeld.

Een gedeelte van het in de inrichtingcombinatie 2 komende cyanuurchloridedampgasmengsel wordt in de condensator 2 c vloeibaar gemaakt, de rest wordt tezamen met de niet condenserende gassen uit het systeem afgevoerd en eventueel in een afscheidingskamer (niet getekend) van cyanuurchloride bevrijd.

De verhouding van gecondenseerd tot gasvormig blijvend cyanuurchloride wordt met behulp van de temperatuurmeet- en regelplaats 3 bij de afvoeropening van de condensator 2 c ingesteld.

In het afdrijfgedeelte van de afdrijfkolom 2 b worden de in het vloeibaar gemaakte cyanuurchloride opgeloste restgassen, vooral chloor en chloorcyaan, verwijderd.

Daartoe is een bodemvloeistoftemperatuur noodzakelijk, die groter of gelijk is aan de kooktemperatuur van het vloeibare cyanuurchloride bij de overeenkomstige kolomdruk en die met behulp van de verdamper 9 in stand wordt gehouden.

De zo verkregen, van restgassen gezuiverde cyanuurchloridesmelt wordt door de leiding 10 naar de voorraadhouder 11 toegevoerd, waaruit hij via leiding 11 a weer kan worden afgevoerd.

Wanneer de cyanuurchloridesmelt in vaste vorm moet worden gewonnen, dan kan men hem zowel direct via leiding 12 als uit de voorraadhouder 11 via leiding 15 door middel van de pomp 13 naar de

sproeitors 14 toevoeren en daar versproeien en hem via leiding 14 a als versproeid vast produkt afvoeren.

Alle inrichtingsdelen en leidingen, die cyanuurchloridesmelten bevatten of transporteren, moeten op temperaturen boven het smelt-
5 punt van cyanuurchloride worden verhit.

Voorbeeld I:

Een mengsel van 981 kg cyanuurchloridedamp en 70 kg restgas (N_2 , Cl_2 , $ClCN$, CO_2) werd naar de afdrijfkolom 2 b per uur toege-
voerd. De druk van het mengsel bedroeg 794 mm Hg en de temperatuur
10 $225^{\circ}C$.

Na de afkoeling op de verzadigde damptemperatuur van $191^{\circ}C$ in het tussenelement 2 a werd het mengsel in de condensator 2 c op $150^{\circ}C$ afgekoeld. Voor de afscheiding van de opgeloste restgassen in het vloeibaar gemaakte cyanuurchloride werd aan de in de kolom
15 naar beneden stromende vloeistofstroom een cyanuurchloridedamp-
stroom van 196 kg/uur vanuit de bodemvloeistof in tegenstroom
gevoerd.

Bij de bodem van de kolom verkreeg men 891 kg/uur nagenoeg zuivere cyanuurchloridesmelt. Deze smelt werd in een sproeitors
20 met een tweestofsproeier versproeid, waarbij de volgende korrel-
verdeling werd verkregen:

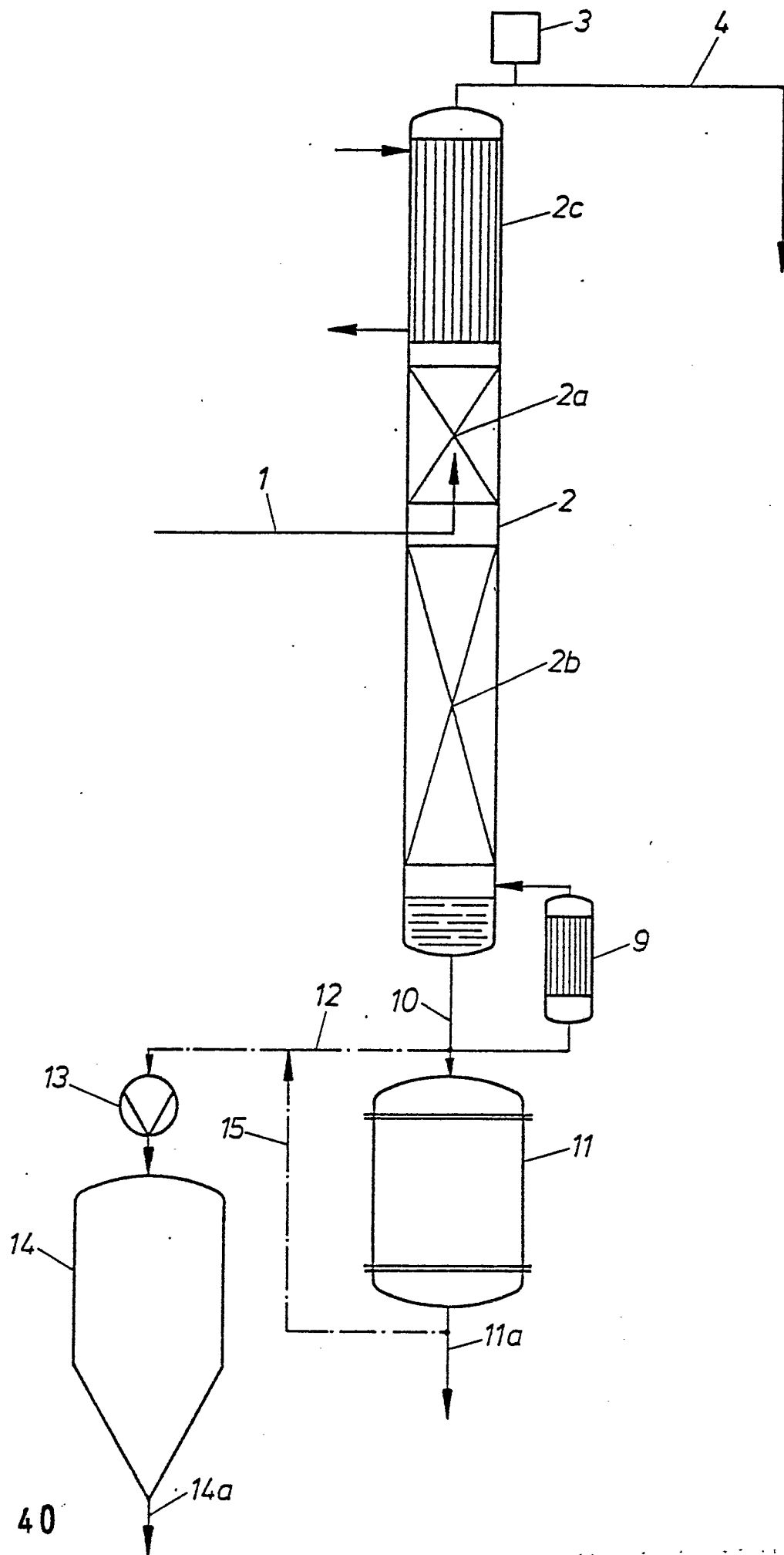
	$< 50 \mu m$	93,7 gew. %
	$50 \div 71 \mu m$	4,1 gew. %
	$72 \div 100 \mu m$	2,0 gew. %
25	$> 100 \mu m$	0,2 gew. %.

Het met cyanuurchloride verzadigde restgas van $150^{\circ}C$ verliet de kopcondensator 2 c via leiding 4.

CONCLUSIES:

1. Werkwijze voor het winnen van cyanuurchloride in vaste of vloeibare vorm uit het reactiemengsel, dat na de trimerisatie van chloorcyaan wordt verkregen, met het kenmerk, dat men het reactiegasmengsel in een inrichtingcombinatie, in hoofdzaak bestaande uit
5 een afdrijfkolom en een daaraan nageschakelde condensator, bij voorkeur een kopcondensator, bij voorkeur boven de afdrijfkolom inleidt, en de bodemvloeistof van de afdrijfkolom op de kooktemperatuur van het cyanuurchloride houdt, waarbij men het in het reactiegasmengsel aanwezige cyanuurchloride bij de afvoeropening van de
10 condensator in het gebied van 146-190°C afkoelt en voor het winnen van het cyanuurchloride in vloeibare vorm het vloeibare cyanuurchloride aan de onderzijde van de afdrijfkolom als zodanig afvoert en/of direct of eventueel na een tussenopslag aan een sproeitoren toevoert en daarin versproeit, waarna men het vaste, fijnkorrelige
15 cyanuurchloride bij de bodem van de sproeitoren wint.
2. Werkwijze volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat men het in vloeibare vorm verkregen cyanuurchloride in aansluiting aan de condensatie in de afdrijfkolom van opgelost chloor en chloorcyaan vrijmaakt.

7905140



7905140