



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

206 276

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 30 03 79
(21) PV 2134-79

(51) Int. Cl.³ C 07 C 47/04
C 01 D 9/00

(40) Zveřejněno 30 05 80
(45) Vydáno 01 10 83

(75)

Autor.vynálezu KURAJDA PAVOL ing., STRÁŽSKE
KOVÁČ JOZEF ing., VRANOV NAD TOPĚLOU
PROCHÁZKA BOHUMIL ing., MICHALOVCE
LICHVÁR MILAN ing., MICHALOVCE

KOVÁČOVÁ KLÁRA ing., VRANOV NAD TOPĚLOU
FRIDRICH FRANTIŠEK ing., MICHALOVCE
ZEMAN SVATOPLUK ing., MICHALOVCE
FILIP BOHUMIL ing., MICHALOVCE

(54) Spôsob spracovania matečných lúhov odpadajúcich z výroby 1,5-endometylén-3,7-dinitrózo-1,3,5,7-tetraazacyklooktánu

1

Vynález pojednáva o spracovaní matečných lúhov z výroby 1,5-endometylén-3,7-dinitrózo-1,3,5,7-tetraazacyklooktánu tak, že hlavnými produktami spracovania sú vodný roztok formaldehydu a kr-štalický dusičnan sodný.

Pre priemyselnú produkciu 1,5-endometylén-3,7-dinitrózo-1,3,5,7-tetraazacyklooktánu známeho tiež pod názvom N,N-dinitrózopentametyléntetramín (DNPT), je z technicko-ekonomického hľadiska najvýhodnejšie nitrizačné štiepenie hexametyléntetramínu v slabom kyslom prostredí. Ako zdroja nitrozačného činidla sa takmer výhradne používa kombinácia minerálnej kyseliny a dusitanov alkalických kovov, alebo dusitanu vápenatého.

Z hľadiska kvality, výťažnosti a problematiky izolácie N,N-dinitrózopentametyléntetramínu je pri nitrozačnom štiepení najoptimálnejšia kombinácia kyseliny dusičnej a dusitanu sodného. Vedľajšími produktami reakcie (matečnými lúhmi) sú v tomto prípade vodné roztoky dusičnanu sodného, obsahujúce formaldehyd a amóniové ióny, avšak zostáva tu i určité množstvo východzieho dusitanu sodného, braného do reakcie ako pufrujúce a nitrozolýzu katalyzujúce činidlo.

Častým prípadom z akončovania nitrozolýzy je neutralizácia celej reakčnej zmesi alkalickým hydroxidom, v našom prípade vodným roztokom hydroxidu sodného. Tu potom ma-

208 278

tečné lúhy, popri už menovaných substanciach, obsahujú hexametyléntetramín, polyóly (C_3 až C_7) a iné produkty formozačných a N-Mannichových reakcií, ako i prebytok neutralizačného činidla. Spracovaním takýchto matečných lúhov na roztok dusičnanu sodného a na roztok formaldehydu sa zabýva ČSSR autorské osvedčenie č. 185 888 a spracovaním na kryštalický dusičnan sodný a vodný roztok formaldehydu zasa ČSSR autorské osvedčenie č. (PV 4424-78).

Jednou z najdôležitejších podmienok izolácie dusičnanu sodného vysokej kvality je čo najväčšie zníženie obsahu organických substancií v matečných lúhoch; minimalizáciu obsahu netekavých organických podielov je možné, okrem iného, dosiahnuť i úpravou zakončenia nitrozolýzy, ako o tom pojednáva na pr. ČSSR autorské osvedčenie č. (PV 66-78). Podľa citovaného autorského osvedčenia je N,N-dinitrózopen-tametyléntetramín izolovaný filtráciou kyslej reakčnej zmesi a neutralizovaný je iba filtračný koláč. Okrem úspory na neutralizačnom činidle je týmto spôsobom možné znížiť aj spotrebu kyseliny dusičnej v procese spracovania korešpondujúcich matečných lúhov a celú operáciu takto ekonomicky zvýhodniť.

Podstatou tohto vynálezu je spôsob spracovania matečných lúhov z výroby 1,5-endo-metylén-3,7-dinitrózo-1,3,5,7-tetraazacyklooctánu, resultujúcich z filtrácie kyslej nitrozolyzačnej zmesi, obsahujúcich dusičnan sodný, dusitan sodný, formaldehyd, amóniové ióny a po prípade i malé množstvo organických nečistôt, ktoré korešpondujú vedľajším produktom syntézy hexametyléntetramínu. Spôsob pozostáva z piatich stupňov:

- v prvom stupni sa na matečné lúhy, s výhodou predohriaté na teplotu 70 až 95 °C, pôsobí kyselinou dusičnou v množstve 0,50 až 2,75 mólov, s výhodou v množstve 0,54 až 2,70 mólov kyseliny dusičnej, na 1 mól prítomného dusitanu sodného, pri teplotách 10 až 150 °C, s výhodou pri teplotách 20 až 139 °C, za tlaku atmosférického až 0,6 MPa, s výhodou za tlaku do 0,52 MPa, a dobe kontaktu 5 až 30 minút, s výhodou pri dobe kontaktu 10 až 20 minút. Predohriev matečných lúhov pred vlastným pôsobením kyseliny dusičnej môže mať priaznivý vplyv na potláčanie formozačných reakcií pri tepelnej expozícii spracovávaných matečných lúhov (viď príklady 1 až 5).

- v druhom stupni je z matečných lúhov oddestilovaný formaldehyd a časť vody a to za tlaku do 0,60 MPa, s výhodou za tlaku atmosférického až 0,48 MPa. Z hľadiska ďalšieho využitia takto získaného vodného roztoku formaldehydu je výhodnejšia destilácia tlaková.

- v treťom stupni je destilačný zbytok zahustený na obsah 50 až 60 % hmot. dusičnanu sodného, s výhodou na obsah 55,6 až 57,1 % hmot. dusičnanu sodného; tu je využité odpadného tepla z tlakovej destilácie formaldehydu.

- vo štvrtom stupni je koncentrácia roztoku dusičnanu sodného ďalším zahustením v odparke-kryštalizátore upravená na 57 až 75 % hmot., s výhodou na 66,8 až 67,8 % hmot. dusičnanu sodného, s nasledujúcou kryštalizáciou dusičnanu sodného ochladením roztoku na teplotu 0 až 30 °C, s výhodou ochladením na teplotu 10 až 20 °C.

- v piatom stupni je realizované oddelenie kvapalných podielov zo suспенzie, resultujúcej zo štvrtého stupňa, a to s výhodou pomocou pulzačnej odstredivky.

Pri realizácii destilácie v druhom stupni za atmosférického tlaku môže byť tretí stupeň z procesu vypustený.

Pri realizácii destilácie za tlaku 0,3 až 0,6 MPa je možné odpadného tepla z tejto operácie využiť nielen v treťom, ale i vo štvrtom stupni procesu.

Podobne, ako spracovanie matečných lúhov vo zmysle ÚSSR autorských osvedčení č. 185 888 a č. (PV 4424-78), umožňuje proces, vedený podľa tohto vynálezu, získať dusičnan sodný, ktorý je prostý dusitanu sodného. Iné technológie výroby dusičnanu sodného produkt uvedenej kvality získať neumožňujú.

Tento vynález rieši problematiku životného prostredia vo vzťahu k výrobe 1,5-endometylén-3,7-dinitrózo-1,3,5,7-tetraazacyklooktánu zhodnotením formaldehydu a zhodnotením podstatnej časti dusičnanu sodného, obsiahnutého v matečných lúhoch tejto výroby.

Príklad 1

K dispozícii boli matečné lúhy z výroby 1,5-endometylén-3,7-dinitrózo-1,3,5,7-tetraazacyklooktánu nitrozačným štiepením hexametyléntetramínu pomocou dusitanu sodného a kyseliny dusičnej, obsahujúce 0,01 % hmot. kyseliny dusitej, 2,48 % hmot. formaldehydu, 0,55 % hmot. dusitanu sodného a 16,38 % hmot. dusičnanu sodného.

3000 ml matečných lúhov tohto zloženia bolo predohriatých na 70 °C a potom k nim bolo pridané 50 ml 65,2 %-nej kyseliny dusičnej (to je 2,706 mólov kyseliny dusičnej na 1 mól dusitanu sodného). Teplota zmesi pri tom dosiahla bodu varu, t.j. 98 °C. Po dvadsiatminútovom refluxovaní pod spätným chladičom bolo započaté s oddestilovaním tekavých podielov. Destilácia bola ukončená, keď množstvo destilátu bolo 2560 ml; destilát obsahoval 2,60 % hmot. formaldehydu a 0,07 % hmot. kyseliny mravčej. Rýchlým ochladením destilačného zvyšku z pôvodných 117,5 °C na 20 °C a izoláciou jemných kryštálov z resultujúcej suспенzie pomocou filtrácie na nučke bolo získané 440,6 g filtračného koláča, ktorý vysušením pri laboratórnej teplote poskytol 371 dusičnanu sodného (t.j. 66,2 % celkového množstva dusičnanu sodného), prostého dusitanu sodného. Kyslosť tohto dusičnanu, vyjadrená ako obsah kyseliny dusičnej, bola 0,001 % hmot., a obsah organických látok, prezentovaný prostredníctvom chemickej spotreby kyslíka, bol max. 1138 mg kyslíka na 1 kg dusičnanu sodného.

Matečných lúhov po kryštalizácii dusičnanu sodného bolo 415 g a obsahovali 0,38 % hmot. kyseliny dusičnej a mravčej, 1,37 % hmot. cukrov (C_5 až C_7) a polyólov (C_3 až C_7), vyjadrených ako glukóza, a 47,5 % hmot. dusičnanu sodného.

208 278

Príklad 2

K dispozícii boli matečné lúhy, pôvodom a zložením totožné s matečnými lúhmi v príklade 1. Pri ich spracovaní bolo postupované analogickým spôsobom, len 50 ml 65,2%-nej kyseliny dusičnej bolo pridaných do matečných lúhov 20°C teplých, a až potom bolo započaté s vyhrievaním zmesi. Po 20 minútovom refluxovaní pod spätným chladičom bolo zo zmesi vydestilované 2590 ml destilátu, obsahujúceho 2,47 % hmot. formaldehydu a 0,08 % hmot. kyseliny mravčej. Rýchlym ochladením destilačného zbytku na teplotu 20 °C rezultovala suzpenzia, z ktorej bolo filtráciou na nučke získané 444,7 g filtračného koláča. Vysušením filtračného koláča pri lab. teplote bolo získané 374 g dusičnanu sodného, prostého dusitanu sodného, čo je 66,6 % celkového množstva dusičnanu sodného. Kyslosť tohto dusičnanu, vyjadrená ako obsah kyseliny dusičnej, bola 0,001 % hmot. a obsah organických podielov v ňom prezentovaný prostredníctvom chemickej spotreby kyslíka, bol 3415 mg kyslíka na 1 kg dusičnanu sodného.

Matečných lúhov po kryštalizácii dusičnanu sodného bolo 411 g a obsahovali 0,48 % hmot. kyseliny dusičnej a mravčej, 0,02 % hmot. cukrov (C_5 až C_7) a polyólov (C_3 až C_7) vyjadrených ako glukóza, a 47,26 % hmot. dusičnanu sodného.

Príklad 3

K dispozícii boli matečné lúhy z výroby 1,5-endometylén-3,7-dinitrózo-1,3,5,7-tetraazacyklootánu nitrozačným štiepením hexametyléntetramínu pomocou dusitanu sodného a kyseliny dusičnej, obsahujúce 0,01 % hmot. kyseliny dusitej, 0,69 % hmot. dusitanu sodného, 3,53 % hmot. formaldehydu a 15,61 % hmot. dusičnanu sodného.

3000 ml matečných lúhov uvedeného zloženia bolo predohriatých na 77 °C a potom k nim bolo pridané 40 ml 65,2 %-nej kyseliny dusičnej, to je 1,715 mólov kyseliny dusičnej na 1 mól dusitanu sodného. Zmes pri tom dosiahla teploty bodu varu (t.j. 99 °C), na ktorej bola pod spätným chladičom udržiavaná 20 minút. Potom z nej bolo oddestolovaných 2500 ml destilátu, obsahujúceho 2,95 % hmot. formaldehydu a 0,05 % hmot. kyseliny mravčej. Rýchlym ochladením destilačného zbytku na 14 °C rezultovala suzpenzia, z ktorej bolo filtráciou na nučke získané 438 g filtračného koláča. Vysušením tohto filtračného koláča pri laboratórnej teplote rezultovalo 367 g dusičnanu sodného, čo je 68,7 % celkového množstva dusičnanu sodného. Tento dusičnan bol prostý dusitanu sodného, jeho kyslosť, vyjadrená ako obsah kyseliny dusičnej, bola 0,004 % hmot., a obsah organických látok, prezentovaný prostredníctvom chemickej spotreby kyslíka, bol 2277 mg kyslíka na 1 kg dusičnanu sodného.

Lúhov po kryštalizácii dusičnanu sodného bolo 365 g a obsahovali pod 0,01 % hmot. kyseliny dusičnej a mravčej, 1,44 % hmot. cukrov (C_5 až C_7), vyjadrených ako glukóza, a 45,8 % hmot. dusičnanu sodného.

Príklad 4

K dispozícii boli matečné lúhy, pôvodu a zloženia rovnakého, ako v príklade 3. Pri ich spracovaní bolo postupované ako v príklade 3, len 40 ml 65,2 %-nej kyseliny dusičnej bolo pridané do 21 °C teplých matečných lúhov a až potom bolo započaté s ohrevom zmesi. Po 20 minútovom refluxovaní zmesi pod spätným chladičom bolo vydestilované 2552 ml destilátu, ktorý obsahoval 2,81 % hmot. formaldehydu a 0,03 % hmot. kyseliny mravčej. Rýchlym ochladením destilačného zbytku na teplotu 14 °C rezultovala suzpenzia, z ktorej boli pevné podiely oddelené filtráciou na nučke. Bolo tak získané 449 g filtračného koláča, ktorý po vysušení za lab. teploty poskytol 380 g dusičnanu sodného, čo je 71,1 % celkového množstva dusičnanu sodného. Tento dusičnan sodný bol prostý dusitanu sodného, jeho kyslosť, vyjadrená ako obsah kyseliny dusičnej, bola 0,003 % hmot., a obsah organických látok, prezentovaný ako chemická spotreba kyslíka, bol 4568 mg kyslíka na 1 kg dusičnanu sodného. Dvadsať minútovým vyhrievaním tohto dusičnanu sodného na teplotu 245 až 250 °C chemická spotreba 1 kg menovanej soli klesla na 583 mg kyslíka.

Matečných lúhov po kryštalizácii dusičnanu sodného bolo 337 g a obsahovali 0,35 % hmot. kyseliny dusičnej a mravčej, 1,66 % hmot. cukrov (C₅ až C₇) a polyólov (C₃ až C₇), vyjadrených ako glukóza, a 45,81 % hmot. dusičnanu sodného.

Príklad 5

K dispozícii boli matečné lúhy z výroby 1,5-endometylén-3,7-dinitrózo-1,3,5,7-tetraazacyklooktánu nitrozačným štiepením hexametyléntetramínu pomocou dusitanu sodného a kyseliny dusičnej; matečné lúhy rezultovali z filtrácie nitrozolyzačnej zmesi kyslej a obsahovali 0,017 % hmot. kyseliny dusitej, 0,71 % hmot. dusitanu sodného, 2,58 % hmot. formaldehydu a 15,55 % hmot. dusičnanu sodného.

K 3000 ml matečných lúhov uvedeného zloženia a o teplote 22 °C, bolo pridané 13 ml 65,2 %-nej kyseliny dusičnej, to je 0,543 mólov kyseliny dusičnej na 1 mól dusitanu sodného. Po 20 minútovom refluxovaní bolo zo zmesi vydestilované 2600 ml destilátu o zložení 3,08 % hmot. formaldehydu, 0,001 % hmot. kyseliny mravčej a 96,919 % hmot. vody. Rýchlym ochladením destilačného zbytku na 18 °C rezultovala suzpenzia, ktorá filtráciou na nučke dala 511 g filtračného koláča. Vysušením filtračného koláča za lab. teploty bolo získané 435 g dusičnanu sodného s obsahom 0,21 % hmot. dusitanu sodného. Kyslosť tohoto dusičnanu, vyjadrená ako obsah kyseliny dusičnej, bola 0,003 % hmot. a obsah organických látok, prezentovaný ako chemická spotreba kyslíka, bol 4570 mg kyslíka na 1 kg dusičnanu sodného. Tento dusičnan sodný bol slabo cítiť po metylamínoch.

Matečné lúhy po kryštalizácii dusičnanu sodného, ktorých bolo 232 g, obsahovali 0,78 % hmot. kys. mravčej, 2,16 % hmot. cukrov (C₅ až C₇) a polyólov (C₃ až C₇), vyjadrených ako glukóza, a 45,69 % hmot. dusičnanu sodného.

208 278

Príklad 6

3885 kg.h⁻¹ matečných lúhov z výroby 1,5-endometylén-3,7-dinitrózo-1,3,5,7-tetra-azacyklooktánu, rezultujúcich z filtrácie kyslej nitrozolyzačnej zmesi a obsahujúcich 0,01 % hmot. kyseliny dusitej, 0,61 % hmot. dusitanu sodného, 2,76 % hmot. formaldehydu a 15,32 % hmot. dusičnanu sodného, je predohriatých na 87 až 89 °C a potom uvádzaných do reaktora pre rozklad dusitanu. Do tohto reaktora sa privádza 53,7 %-ná kyselina dusičná v množstve 40,33 kg.h⁻¹, to je v množstve 1,001 mólov kyseliny dusičnej na 1 mól dusitanu sodného. Rozklad je realizovaný za teploty 124 až 126 °C a tlaku 0,4 MPa a pri zádrži reaktora 12 minút. Tlak v reaktore je regulovaný prostredníctvom odberu plyných zplodín reakcie (dusík, kyslíčnik uhličitý a kyslíčnik dusnatý), ktorých objem za normálnych podmienok predstavuje približne 8,85 m³.h⁻¹ a hmotnosť 15,6 kg.h⁻¹.

Takto upravené matečné lúhy, obsahujúce 2,56 % hmot. formaldehydu, 15,96 % hmot. dusičnanu sodného a 0,039 % hmot. kyseliny mravčej, sú podrobené tlakovému oddestilovaniu formaldehydu pri tlaku 0,4 MPa. Destilátom je 14,9 %-ný vodný formaldehyd v množstve 604,7 kg.h⁻¹. Destilačný zbytok, ktorého je 3307,3 kg.h⁻¹, obsahuje 18,88 % hmot. dusičnanu sodného, 0,09 % hmot. kyseliny mravčej, 0,14 % hmot. cukrov (C₅ až C₇) a polyólov (C₃ až C₇) a 0,21 % hmot. formaldehydu. Tento destilačný zbytok je vedený do atmosferickej odparky, v ktorej je pomocou odpadného tepla z tlakovej destilácie zahustený na obsah 57,1 % hmot. dusičnanu sodného. Zahustený roztok ďalej obsahuje 0,51 % hmot. cukrov (C₅ až C₇) a polyólov (C₃ až C₇), 0,10 % hmot. kyseliny mravčej a 0,14 % hmot. formaldehydu.

Uvedený roztok, v množstve 1093,2 kg.h⁻¹, je vedený do atmosférickej odparky-kryštalizátora, kde je zasa pomocou odpadného tepla z tlakovej destilácie zahustený na obsah 66,8 % hmot. dusičnanu sodného; potom je ohrev odparky-kryštalizátora odstavený a započne sa s pomalým, programovaným ochladzovaním obsahu aparátu (za miešania) a to až na teplotu 10 °C. Vo fázi chladenia je v tomto stupni spracovania matečných lúhov kontinuita zahusťovania zachovaná zaradením ďalšej odparky-kryštalizátora do linky. Rezultujúca suzpenzia dusičnanu sodného je kvapalných podírolov zbavená pomocou pulzačnej odstredivky: filtračný koláč obsahuje 2,58 % hmot. vlhkosti a vysušením poskytne 389,1 kg.h⁻¹ dusičnanu sodného, to je 62,39 % celkového množstva dusičnanu sodného, prostého dusitanu sodného. Kyslosť tohto dusičnanu, vyjadrená ako obsah kyseliny dusičnej, je 0,001 % hmot., a obsah organických látok, prezentovaný prostredníctvom chemickej spotreby kyslíka, je 590 mg kyslíka na 1 kg dusičnanu sodného.

Z izolácie dusičnanu sodného odpadá 544,5 kg.h⁻¹ filtrátu, obsahujúceho 43,82 % hmot. dusičnanu sodného, 1,32 % hmot. cukrov (C₅ až C₇) a polyólov (C₃ až C₇) a 0,08 % hmot. kyseliny mravčej.

Príklad 7

4440 kg.h⁻¹ matečných lúhov z výroby 1,5-endometylén-3,7-dinitrózo-1,3,5,7-tetra-azacyklooktánu, rezultujúcich z filtrácie kyslej nitrozolyzačnej zmesi a obsahujúcich pod 0,001 % hmot. kyseliny dusitej, 0,58 % hmot. dusitanu sodného, 2,81 % hmot. formaldehydu a 15,06 % hmot. dusičnanu sodného, je predohriatých na 93 až 95 °C a uvádzaných do reaktora pre rozklad dusitanu. Do tohto reaktora je dávkovaná 54,8 %-ná kyselina dusičná v množstve 43,25 kg.h⁻¹, to je v množstve 1,008 mólov kyseliny dusičnej na jeden mól dusitanu sodného. Rozklad je realizovaný za teploty 137 až 139 °C a tlaku 0,52 MPa pri zádrži reaktora 10 minút. Tlak v reaktore je regulovaný prostredníctvom odberu plynných produktov reakcie (dusík, kyslíčnik uhličitý a kyslíčnik dusnatý), ktorých objem za normálnych podmienok je približne 10,1 m³.h⁻¹ a hmotnosť 16,2 kg.h⁻¹.

Takto upravené matečné lúhy, obsahujúce 2,64 % formaldehydu, 15,67 % hmot. dusičnanu sodného a 1,005 % hmot. kyseliny mravčej, sú po ochladení na 98 až 101 °C vedené na tlakovú destiláciu pri tlaku 0,48 MPa. Destilátom je 15,6 %-ný vodný formaldehyd v množstve 709 kg.h⁻¹. Destilačný zbytok, ktorého je 3759,4 kg.h⁻¹, obsahuje 18,62 % hmot. dusičnanu sodného, 0,16 % hmot. formaldehydu, 0,18 % hmot. kyseliny mravčej a 0,081 % hmot. polyólov (C₃ až C₇) a cukrov (C₅ až C₇), vyjadrených ako glukóza.

Tento destilačný zbytok je v atmosférickej odparke, využívajúcej odpadné teplo z tlakovej destilácie, zahustený na 55,6 %-ný roztok dusičnanu sodného, ktorý ešte obsahuje 0,09 % hmot. formaldehydu, 0,021 % hmot. kyseliny mravčej a 0,25 % hmot. polyólov (C₃ až C₇) a cukrov (C₅ až C₇). Tento roztok v množstve 1259,7 kg.h⁻¹ je vedený do atmosférickej odparky-kryštalizátora, kde je zahustený na obsah 67,8 % hmot. dusičnanu sodného - opäť pomocou odpadného tepla z tlakovej destilácie. Potom je ohrev aparátu odstavený a začne sa s pomalým, programovaným ochladzovaním obsahu odparky-kryštalizátora, a to až na teplotu 10 °C. Kontinuita zahusťovania je zaistená ako v príklade 6. Rezultujúca suzpenzia je kvapalných podielov zbavená na pulzačnej odstredivke, čím rezultuje filtračný koláč s obsahom 2,37 % hmot. vlhkosti. Vysušením tohto filtračného koláča sa získa 450,8 kg.h⁻¹ dusičnanu sodného, to je 64,4 % celkového množstva dusičnanu sodného, prostého dusitanu sodného. Kyslosť tohto dusičnanu sodného, vyjadrená ako obsah kyseliny dusičnej, je 0,002 % hmot. a obsah organických látok, prezentovaný prostredníctvom chemickej spotreby kyslíka, je 386 mg kyslíka na 1 kg dusičnanu sodného.

Z izolácie dusičnanu sodného odpadá 573 kg.h⁻¹ filtrátu s obsahom 43,82 % hmot. dusičnanu sodného, 0,01 % hmot. kyseliny mravčej a 0,85 % hmot. polyólov (C₃ až C₇) a cukrov (C₅ až C₇), vyjadrených ako glukóza.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

1. Spôsob spracovania matečných lúhov, odpadajúcich z výroby 1,5-endometylén-3,7-dinitrózo-1,3,5,7-tetraazacyklooktánu nitrozačným štiepením hexametyléntetramínu pomocou dusitanu sodného a kyseliny dusičnej a izolovaných filtráciou kyslej nitrozolyzačnej zmesi, obsahujúcich dusičnan sodný, dusitan sodný, formaldehyd, amóniové ióny a popríklad i malé množstvá organických látok, korešpondujúcich vedľajším produktom syntézy hexametyléntetramínu, v y z n a č u j ú c i s a t ý m , že pozostáva z piatich stupňov, pričom v prvom stupni sa na matečné lúhy, s výhodou predohriaté na teplotu 70 až 95 °C, pôsobí kyselinou dusičnou v množstve 0,50 až 2,75 mólov, s výhodou 0,54 až 2,70 mólov kyseliny dusičnej, na jeden mól prítomného dusitanu sodného, pri teplotách 10 až 150 °C, s výhodou pri teplotách 20 až 139 °C, za tlaku atmosférického až 0,6 MPa, s výhodou za tlaku atmosférického 0,52 MPa, a dobe kontaktu 5 až 30 minút, s výhodou pri dobe kontaktu 10 až 20 minút, v druhom stupni je oddestilovaný formaldehyd za tlaku max. 0,60 MPa, s výhodou za tlaku atmosférického až 0,48 MPa, v treťom stupni je destilačný zbytok zahustený na obsah 50 až 60 % hmot. dusičnanu sodného, s výhodou je zahustený na obsah 55,6 až 57,1 % hmot. dusičnanu sodného, vo štvrtom stupni je koncentrácia roztoku dusičnanu sodného ďalším odparením vody upravená na 57 až 75 % hmot., s výhodou je upravená na 66,8 až 67,8 hmot. dusičnanu sodného, s naväzujúcim ochladením roztoku dusičnanu sodného na teplotu 0 až 30 °C, s výhodou ochladením roztoku dusičnanu sodného na teplotu 10 až 20 °C, a v piatom stupni je dusičnan sodný z rezultujúcej suspenzie izolovaný, s výhodou pomocou odstredenia.
2. Spôsob spracovania matečných lúhov podľa bodu 1, v y z n a č u j ú c i s a t ý m , že tretí stupeň môže byť z procesu spracovania vypustený.