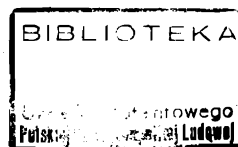


URZĄD PATENTOWY



Cofd, 55/52

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr. 1666.

Kl. 12 p 10.

Holzverkohlungs-Industrie Aktien-Gesellschaft
(Konstancja, Niemcy).

Sposób otrzymywania hexametylenotetraminy z chlorku metylenu.

Zgłoszono 3 marca 1923 r.

Udzielono 25 lutego 1925 r.

Pierwszeństwo: 28 marca 1922 r. (Niemcy).

Znaną jest rzeczą, że przy ogrzewaniu chlorku metylenu z alkoholowym roztworem amonjaku powstaje hexametylenotetramina. Następnie znane są doświadczenia, przy których przez ogrzewanie chlorku metylenu z wodnym amonjakiem do wyższych temperatur np. 200° C, powstaje chlorek amonu, mrówczan amonu i chlorowodorek metyloaminy.

Obecnie przekonano się, że przy pomocy wodnego amonjaku można również otrzymywać hexametylenotetraminę z chlorku metylenu z dobrą wydajnością, jeżeli substancje wyjściowe podda się wzajemnemu oddziaływaniu w temperaturach, nie przekraczających znacznie 120° C. W temperaturach poniżej 90° C wydajność się

zmniejsza i staje się przy dalej spadającej temperaturze coraz niekorzystniejszą.

Przykład I. 41 kg chlorku metylenu ogrzewa się w autoklawie 15 godzin do 100° C ze 100 litrami wodnego roztworu amonjaku, który zawiera 0,23 kg NH_3 w litrze. Po oddestylowaniu nierozłożonego jeszcze chlorku metylenu, w tym wypadku 12 kg, wyosabia się hexametylenotetraminę z mieszaniny reakcyjnej np. przez krystalizację. Wydajność wynosi 7,2 kg, t. j. 90% przemienionego chlorku metylenu.

Okazało się celowym pracować z nadmiarem amonjaku. Korzystnie jest jednak również dodawać tylko tyle amonjaku, ile potrzeba do wytworzenia hexametylenotetraminy, podczas gdy dla związania uwal-

niającego się kwasu solnego, dodaje się odpowiednią ilość substancyj, wiążących kwas, np. węglanu sodowego lub żrących alkaliów.

Przykład II. 51 kg chlorku metylenu ogrzewa się 20 godzin do 105—110° C w dostosowanym autoklawie, zaopatrzonym w mieszadło, z 38 kg wodorotlenku sodowego, 50 l wody, 52 l roztworu amonjaku, który zawiera 23 kg amonjaku w 100 l. Po upływie tego czasu oddestylowuje się nierozłożony chlorek metylenu, który w tym wypadku wynosi około 5 kg. Znanymi metodami można z pozostałej mieszaniny wyosobnić 9,5 kg hexametylenotetraminy, co odpowiada około 93-procentowej wydajności.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób otrzymywania hexametyle-

notetraminy z chlorku metylenu, tem znamienny, że wodnym amonjakiem działa się na chlorek metylenu w temperaturach, leżących poniżej 120° C lub temperaturze, nie przekraczającej znacznie 120° C, zwłaszcza zaś w temperaturze około 100° C.

2. Sposób wykonania postępowania podług zastrzeżenia 1, tem znamienny, że używa się amonjaku w nadmiarze.

3. Sposób wykonania postępowania podług zastrzeżenia 1 i 2, tem znamienny, że do mieszaniny chlorku metylenu i wodnego amonjaku dodaje się substancyj, wiążących kwas.

Holzverkohlungs-Industrie
Aktien-Gesellschaft.

Zastępcą: M. Kryzan,
rzecznik patentowy.