



Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 26.II.1965 (P 107 653)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 15.II.1967

Kl. 78 c, 13

MKP ~~C-00-b~~

C06f 3/08

UKD

Współtwórcy wynalazku: Wiktor Załachowski, Róża Przybylik, Hanna Proskurnicka, Kamila Supryn

Właściciel patentu: Instytut Przemysłu Organicznego, Warszawa (Polska)

Sposób otrzymywania zasadowego dwunitroortokrezolanu ołowiu do wyrobu mas zapalających

1

Do wyrobu mas zapalających przy produkcji główek zapalczych dla zapalników elektrycznych stosuje się najczęściej sole nitrozwiązków organicznych z metalami ciężkimi jak np. dwunitroortokrezolan ołowiu, dwunitrorezorcynian ołowiu, pikraminian ołowiu lub inne. Dwunitroortokrezolan ołowiu otrzymuje się na drodze reakcji dwunitroortokrezolanu sodowego z solą ołowiu w środowisku wodnym. Wytrącany osad zasadowego dwunitroortokrezolanu ołowiu (oznaczonego dalej skrótem DNOKPb) sączy się, przemywa wodą, suszy i situje.

Operacje suszenia i sitowania DNOKPb należą do niebezpiecznych, ponieważ sól ta w stanie suchym jest wrażliwa na tarcie i uderzenie.

Stwierdzono, że DNOKPb można uzyskać na drodze reakcji dwunitroortokrezolu z tlenkiem ołowiu w środowisku octanu amylu lub butylu. Sposób ten polega na rozpuszczeniu dwunitroortokrezolu w jednym z wymienionych rozpuszczalników w mieszalniku z wolnoobrotowym mieszadłem mechanicznym a następnie wprowadzeniu tlenu ołowiu w nadmiarze w stosunku do dwunitroortokrezolu. Po określonym czasie reakcji powstaje DNOKPb w postaci gęstej papki. Z masy poreakcyjnej nie usuwa się resztek octanu amylu i nieprzereagowanego tlenu ołowiu.

Pozostałości bowiem tlenu ołowiu nie wpływają ujemnie na właściwości masy zapalającej, a octan amylu lub butylu stanowią właśnie powszechnie stosowane środowisko, w którym roz-

2

prowadza się składniki przy wyrobie mas zapalających. Przy tym sposobie unika się niebezpiecznych operacji suszenia i sitowania DNOKPb. DNOKPb otrzymany sposobem według wynalazku jest jednorodny i posiada korzystną strukturę o dużym stopniu rozdrobnienia. Sposób ten jest poza tym bardziej ekonomiczny ze względu na zmniejszenie robocizny i zastosowanie prostej i tańszej aparatury.

Przykład. Dla otrzymania porcji około 200 g DNOKPb wlewa się do naczynia reakcyjnego 500 ml octanu amylu i uruchamia mieszadło. Następnie wysypuje się 100 g dwunitroortokrezolu i miesza aż do rozpuszczenia. Z kolei, nie przerywając mieszania dozuje się małymi porcjami 150 g tlenu ołowiu w ciągu około 15 minut. Reakcja zachodzi w temperaturze pokojowej i trwa około 45 minut, a w temperaturze podwyższonej do 25–30°C, tylko 30 minut. Po skończonym procesie strącania, co objawia się silnym zgęstnieniem masy i zmianą zabarwienia z koloru brudno żółtego na pomarańczowy, osad nadaje się bezpośrednio do wyrobu masy zapalającej.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania zasadowego dwunitroortokrezolanu ołowiu do wyrobu mas zapalających na drodze reakcji dwunitroortokrezolu z solami ołowiu, **znamienny tym**, że na dwunitroortokrezol rozpuszczony w octanie amylu lub butylu działa się nadmiarem tlenu ołowiu.