



ÚRAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

250012

(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴
C 07 D 487/18

(22) Prihlásené 09 09 85

(21) (PV 6413-85)

(40) Zverejnené 18 09 86

(45) Vydané 15 05 88

(75)

Autor vynálezu

OLEJNÍK VINCENT ing., BUTKOVSKÝ LUDOVÍT,
JUHÁS STANISLAV ing., STRÁŽSKE, OLEÁRNIK MIROSLAV,
MICHALOVCE

(54) Spôsob získavania kryštalického hexametyléntetramínu

1

2

Účelom vynálezu je zníženie materiálovej náročnosti procesu výroby kryštalického hexametyléntetramínu, zlepšenie jeho reologických vlastností a zníženie produkcie odpadných vôd z procesu.

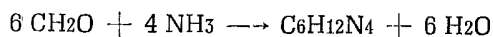
Uvedeného účelu sa dosiahne tým, že ako premývacie médium a/alebo ako jeho zložka sa v procese oddeľovania tuhého hexametyléntetramínu, s výhodou odstredovaním, pri teplote 20 až 70 °C za atmosférického tlaku použijú štiavne kondenzáty z procesu odparovania vodných roztokov hexametyléntetramínu, v množstve 0,01 až 1 kg na 1 kg kryštalického hexametyléntetramínu o nasledovnom zložení: viac ako 90 % hmot. voda, 0,001 až 1 % hmot. amoniak, 0 až 4 % hmot. metanol a 0,005 až 7 % hmot. hexametyléntetramín.

Vynález sa týka spôsobu získavania kryštalického hexametyléntetramínu z jeho vodných matečných roztokov.

Výroba kryštalického hexametyléntetramínu je známa a priemyselne využívaná. Hexametyléntetramín sa používa najmä pri výrobe plastických látok, výbušnín, farmaceutických výrobkov a pod.

Základnými surovinami sú amoniak a formaldehyd, ktorých vzájomnú kondenzačnú reakciu možno uskutočniť v plynnej alebo kvapalnej fáze, podľa charakteru použitých surovín. Najviac je však rozšírený tzv. kombinovaný spôsob, t. j. reakcia plynného amoniaku s vodnými roztokmi formaldehydu alebo plynov obsahujúcich formaldehyd s vodnými roztokmi amoniaku. Voľba charakteru výroby závisí najmä od spôsobu získavania základných surovín.

Výslednú reakciu tvorby hexametyléntetramínu možno vyjadriť nasledovne:



$$\Delta H = -400 \text{ kJmol}^{-1}$$

Kondenzačná reakcia amoniaku s formaldehydom je exotermický zafarbený proces, čoho sa v každej technológii využíva, lebo to priaznivo ovplyvňuje energetickú náročnosť procesu.

Na získanie suspenzie kryštalického hexametyléntetramínu v matečných roztokoch sa používa kryštalizačné odparovanie pri teplotách 50 až 65 °C a zníženom tlaku, za účelom minimalizácie exkrementov tepelnej expozície hexametyléntetramínu. Najčastejšie sa používa vodné prostredie, ale vo svete je známe aj použitie iných rozpúšťadiel, najmä s cieľom azeotropického odvádzania vody z roztokov hexametyléntetramínu (US pat. č. 3 061 608, francúzsky patent číslo 1 167 436). Nevýhodou týchto postupov je nevyhnutnosť regenerácie rozpúšťadiel a znečisťovanie odpadných vôd ďalšími organickými zlúčeninami.

V procese odparovania vznikajú štiavne kondenzáty s obsahom tiež voľného amoniaku a hexametyléntetramínu, ktorý je strhávaný vo forme prestrikov z odparovaného zariadenia. Tieto kondenzáty sa spolu s ostatnými odpadnými vodami likvidujú prechodom cez čistiareň odpadných vôd, čo je jednou z nevýhod takto vedeného procesu výroby hexametyléntetramínu.

Podľa jap. pat. č. 7 703 394 sa po zahusťení reakčnej zmesi v odparke na koncentráciu roztoku 43 % hmot. recykluje odparený roztok amoniaku do reakčnej časti. Postup vyžaduje riešenie zvýšenej energetickej náročnosti vyplývajúcej z nízkej koncentrácie amoniaku v recyklovanom roztoku.

Na získanie pevnej fázy zo suspenzie, t. j. kryštalického hexametyléntetramínu, sa najčastejšie využíva odstreďovanie a po vysu-

šení kryštalického hexametyléntetramínu sa produkt finalizuje.

Ako premývacie médium v procese odstreďovania suspenzie hexametyléntetramínu možno použiť vodný roztok hexametyléntetramínu a konc. 25 až 40 % hmot.

Tento spôsob sa ukázal ako nevýhodný, najmä z hľadiska kvalitatívnych parametrov výsledného produktu, a to jeho vzhladu, prečože nežiadúce nečistoty sa roztokom pri premývaní zanášali do kryštalickej fázy. Takto pripravený produkt nebolo možné použiť najmä pre špeciálne aplikácie v oblasti výbušnín.

Kryštalický produkt zlepšených kvalitatívnych parametrov možno pripraviť spôsobom, pri ktorom sa ako premývacie médium odstreďovanej pevnej fázy použije parný kondenzát, čo však znamená zvýšenie ekonomickej náročnosti procesu.

Prevažnú časť uvádzaných nevýhod možno odstrániť postupom podľa predmetného vynálezu.

Podstatou tohto vynálezu je spôsob oddeľovania tuhej fázy od vodných matečných roztokov v procese výroby kryštalického hexametyléntetramínu, s výhodou odstreďovaním, pri ktorom sa tuhá fáza premýva. Proces odstreďovania prebieha pri 20 až 70 stupňoch C za atmosférického tlaku a ako premývacie médium oddelenej tuhej fázy sa použijú štiavne kondenzáty, ktoré vznikajú kondenzáciou pár z procesu odparovania vodných roztokov hexametyléntetramínu, prebiehajúceho pri teplote 50 až 65 °C za zníženého tlaku.

Podstatnou zložkou štiavných kondenzátov je voda, a to viac ako 90 % hmot., ale obsahujú tiež 0,001 až 1 % hmot. amoniaku, 0 až 4 % hmot. metanolu a 0,005 až 7 % hmot. hexametyléntetramínu.

V závislosti od požadovaných kvalitatívnych parametrov vyrábaného kryštalického hexametyléntetramínu sa v procese oddeľovania tuhej fázy zo suspenzie, na produkciu 1 kg hexametyléntetramínu spotrebuje 0,01 až 1 kg štiavných kondenzátov.

Postup podľa vynálezu má oproti doteraz používaným, celý rad technicko-ekonomických výhod.

Najdôležitejšie sú: zníženie nákladov na likvidáciu štiavných kondenzátov na čistiareň odpadných vôd, lebo sú recyklované naspäť do procesu, znížia sa materiálové náklady výroby, resp. straty hexametyléntetramínu, pretože parný kondenzát sa nahradil odpadným štiavným kondenzátom, ktorý okrem voľného amoniaku obsahuje aj hexametyléntetramín, ktorý sa do odpadných vôd dostáva aj z procesu odparovania a prítomný voľný amoniak znižuje rozpustnosť kryštalického hexametyléntetramínu, ako aj prispieva k zlepšeniu reologických vlastností produktu.

Najdôležitejšie výhody ilustrujú aj nasledovné príklady:

Príklad 1 (porovnávací)

V procese výroby kryštalického hexametyléntetramínu vstupuje na kondenzačnú reakciu 4750 kg 37 %-ného formalínu a 637 kg 100 %-ného amoniaku. Vzájomnou reakciou sa získa 5387 kg vodného roztoku o koncentrácii 25 % hmot. hexametyléntetramínu, ktorý sa vedie na kryštalizačné zahusťovanie, kde sa získa 75 %-ná suspenzia hexametyléntetramínu v matečnom roztoku, pričom 2125 kg štiavných kondenzátov s obsahom aj 1,3 kg amoniaku/m³, 5,5 kilogramu hexametyléntetramínu/m³ a chemickou spotrebou kyslíka 21 kg O₂/m³ roztoku odchádza z procesu odparovania do odpadných vôd a potom prechádzajú cez čistiareň odpadných vôd, kde sa čistia s nákladmi 1,4 Kčs/kg chemicky viazaného kyslíka. Po odstredení suspenzie sa získa 1275 kilogramov vlhkého hexametyléntetramínu, pri spotrebe 200 kg parného kondenzátu na premývanie a vysušením sa pripraví 1250

kilogramov kryštalického hexametyléntetramínu.

Príklad 2

Za analogických podmienok ako v príklade 1 sa pripraví suspenzia hexametyléntetramínu, ktorá sa vedie na odstreďovanie, kde sa použije na premývanie 200 kg štiavných kondenzátov, charakterizovaných po kvantitatívnej a kvalitatívnej stránke v príklade 1, pričom zbytkové množstvo sa vedie na čistiareň odpadných vôd, alebo spracuje iným spôsobom. Po odstredení suspenzie sa získa 1277 kg vlhkého hexametyléntetramínu, čo po vysušení predstavuje 1252 kg produktu.

Postupom podľa príkladu 2 sa znížia straty amoniaku a hexametyléntetramínu v štiavných kondenzátoch, čím sa zníži merná spotreba surovín a znížia sa náklady na čistenie odpadných vôd z výroby hexametyléntetramínu.

PREDMET VYNÁLEZU

1. Spôsob získavania kryštalického hexametyléntetramínu z jeho vodných matečných roztokov, s výhodou odstreďovaním pri teplote 20 až 70 °C, za atmosférického tlaku vyznačujúci sa tým, že oddelená tuhá fáza kryštalického hexametyléntetramínu sa premýva kondenzátom pár z procesu odparovania vodných roztokov hexametyléntetramínu, ktorý obsahuje 0,001 až 1 % hmot.

amoniaku, 0 až 4 % hmot. metanolu, 0,005 až 7 % hmot. hexametyléntetramínu a zvyšok do 100 % hmot. tvorí voda.

2. Spôsob podľa bodu 1 vyznačujúci sa tým, že na premývanie 1 kg oddelenej tuhej fázy hexametyléntetramínu sa spotrebuje 0,01 až 1 kg kondenzátu pár z procesu odparovania vodných roztokov hexametyléntetramínu.