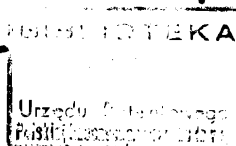


Warszawa, 14 czerwca 1938 r.

URZĄD PATENTOWY



Bold 9/00²



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 26468.

Kl. 12 c, 2.

Zjednoczone Zakłady Materiałów Wybuchowych
i Azotu Spółka Akcyjna*)
(Łaziska - Górne, Polska).

Bold 9/00

Sposób oczyszczania mieszaniny związków organicznych.

Zgłoszono 18 grudnia 1936 r.

Udzielono 5 kwietnia 1938 r.

Przedmiotem wynalazku niniejszego jest sposób oczyszczania względnie rozdzielania składników mieszaniny związków organicznych bez użycia obcego rozpuszczalnika w stanie stopionym.

Otrzymywane w technice np. nitropochodne związków organicznych takich, jak benzen, naftalen, guanidyna i t. d., są mieszaniną związków homologicznych o różnym stopniu znitrowania.

Przy krystalizacji takich mieszanin o bardzo różnorodnym składzie można wydzielić tylko te ciała, które nie biorą udziału w tworzeniu mieszanin eutektycznych. Na przykład rozdzielenie technicznie zanieczyszczonego stopu dwunitrobenzenu i trójnitrotoluenu nie jest możliwe, jeżeli

ciała te znajdują się w mieszaninie w stosunku odpowiadającym eutektykowi. W tym bowiem przypadku stały punkt krzepnięcia stopu mieszaniny wynosi około 45°C. Przy wielokrotnej krystalizacji następuje rozkład substancji, co daje się zauważyć jedynie przez nikłą obniżkę punktu krzepnięcia, natomiast wydzielane kryształy wykazują niezmiennie ten sam punkt krzepnięcia.

Zjawisko takie jest bardzo pospolite i spotykane przy krystalizowaniu wielu mieszanin związków organicznych.

Inaczej zachowują się stopy o stosunku wagowym składników odmiennym od stosunku odpowiadającego mieszaninie eutektycznej. Część składnika, znajdującego się

*) Właścicielka patentu oświadczyła, że wynalazcą jest Dr. Stefan Namysłowski.

w nadmiarze, daje się z takiego stopu wydzielić dość łatwo, a przez wielokrotną krystalizację również i oczyścić tak, że wykazuje punkt krzepnięcia odpowiadający związkowi czystemu.

Krystalizacja wielokrotna jest jednak zbyt uciążliwa i kosztowna do celów technicznych, ponieważ zaś produkt, otrzymany po jednorazowym przekrystalizowaniu, okazuje się zbyt zanieczyszczony, opracowano sposób oddzielania kryształów poszczególnych związków z takich właśnie stopów, zapewniający wystarczającą czystość techniczną już przy jedno- względnie dwukrotnej krystalizacji, co jest przedmiotem wynalazku niniejszego.

Stwierdzono, że głównymi składnikami zanieczyszczeń są domieszki kryształów obcych o zbliżonym punkcie krzepnięcia oraz stop macierzysty, składający się głównie z mieszaniny eutektycznej. Jeżeli zatem przy wykrysztalizowywaniu żądanych kryształów ze stopu powstrzyma się krystalizację ciał obcych, a krystalizację żądanych kryształów poprowadzi się jednocześnie w takich warunkach, by ilość ługu macierzystego była jak najmniejsza, oraz umożliwi odciek ługu macierzystego i niewykrysztalizowanych zanieczyszczeń, to wydzielone kryształy będą posiadały wystarczającą czystość techniczną, która przez powtórna krystalizację tych kryształów w warunkach wyżej podanych może być jeszcze bardziej zwiększona.

Ponieważ przy podanej metodzie pracy nie stosuje się obcego rozpuszczalnika, największą trudność stanowi usunięcie ługu macierzystego oraz części ciał obcych, które osiadły na wydzielonych kryształach. Zanieczyszczenia te usuwa się według wynalazku przez spłukanie cieczą, tworzącą się z kryształów już wydzielonych w razie podniesienia temperatury.

Krystalizację i oczyszczanie przeprowadza się w dowolnym aparacie, pozwalającym na ogrzewanie, chłodzenie oraz na dokładną regulację temperatury i utrzymy-

wanie jej na pożądanym poziomie przez czas dłuższy.

Postępowanie według wynalazku niniejszego jest następujące.

Po napełnieniu aparatu mieszaniną związków organicznych stapia się zawartość całkowicie i pozostawia aparat przez kilka godzin w spokoju w celu osadzenia zanieczyszczeń mechanicznych. Po ich usunięciu ustala się temperaturę na pożądaną wysokości zależnej od rodzaju wydzielanego związku i pozostawia przez czas niezbędny do wykrysztalizowania. Następnie wypuszcza się ciekłą część masy i pozwala dobrze odciec ługom pokryształicznym, przy czym nie wyłącza się ogrzewania naczynia — co powoduje podniesienie się temperatury oraz nadtopienie się już wydzielonych kryształów. Ciecz powstała przy tej operacji spłukuje z kryształów dokładnie resztki cieczy i zanieczyszczeń.

W razie potrzeby oczyszczenia jeszcze dokładniejszego ponownie stapia się w tym samym aparacie wydzielone już kryształy i przeprowadza w identyczny sposób drugą krystalizację uzyskując bez użycia obcego rozpuszczalnika produkt czysty i zupełnie przydatny do celów technicznych.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób oczyszczania mieszaniny związków organicznych, znamienny tym, że mieszaninę stapia się bez użycia rozpuszczalnika, krystalizuje w ustalonej temperaturze i usuwa resztki cieczy oraz zanieczyszczeń, po czym otrzymane kryształy podgrzewa ponownie nadtapiając je, a następnie usuwa się ciecz wytwarzającą się z nadtopionych kryształów.

Zjednoczone Zakłady
Materiałów Wybuchowych
i Azotu
Spółka Akcyjna.
Zastępca: Inż. Cz. Raczyński,
rzecznik patentowy.