



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

266 840

(21) PV 8656-87.W
(22) Přihlášeno 30 11 87

(40) Zveřejněno 12 05 89
(45) Vydáno 14 12 90

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁴
C 06 B 31/12

(75)

Autor vynálezu

KONEČNÝ LUBOŠ ing., PARDUBICE

(54)

Způsob čištění pentritu

(51) Řešení se týká způsobu čištění pentritu rektystalovaného z kyseliny dusičné a/nebo z acetonu. Podstata spočívá v tom, že 1 hmot. díl surového pentritu se za teploty 0 °C až 30 °C smísí s 0,5 až 3,5 hmot. díly dietyléteru, suspenze se zpracuje filtrací nebo odstředěním a dietyléter se odstraní odpařením.

Vynález se týká způsobu čištění pentritu, používaného k výrobě rozbušek, bleskovic, směsných trhavin a k výrobě pentritu flegmatizovaného voskem nebo trinitrotoluenem.

Dosud známým způsobem čištění pentritu je vyloučení pentritu z odpadní kyseliny dusičné před filtrací přidávkem kyseliny sírové. Dalším dosud známým způsobem čištění pentritu je rekrystalizace surového pentritu z acetonu ochlazením acetonického roztoku nebo srážením vodou, případně doplněním oddestilováním acetonu. Dalším dosud známým způsobem čištění pentritu je krystalizace pentritu z odpadní kyseliny dusičné různé koncentrace, případně doplněná promytím filtračního koláče surového pentritu kyselinou dusičnou o koncentraci 90 hmotnostních %. Dalším dosud známým způsobem čištění pentritu je krystalizace z nitrometanu, etylénglykolu nebo z isopropylacetátu ochlazením. Dalším dosud známým způsobem čištění pentritu je krystalizace pentritu z n-amylnacetátu, benzenu nebo z ledové kyseliny octové. Dalším dosud známým způsobem čištění pentritu je rekrystalizace pentritu vysrážením jeho acetonického roztoku etanolem o koncentraci 90 hmot. %. Dalším dosud známým způsobem čištění pentritu je extrakce nečistot trichlormetanem. Dalším dosud známým způsobem čištění pentritu je rekrystalizace pentritu z acetonu ochlazením roztoku v přítomnosti tetrachlormetanu. Dalším dosud známým způsobem čištění pentritu je rekrystalizace pentritu z acetonu ochlazením, filtrace a promytí filtračního koláče pentritu etanolem. Dalším dosud známým způsobem čištění pentritu je krystalizace z etylacetátu ochlazením roztoku.

Nevýhodou zmíněného způsobu čištění pentritu vyloučením pentritu z odpadní kyseliny dusičné přidávkem kyseliny sírové je současné vyloučení i některých nečistot. Nevýhodou zmíněných způsobů čištění pentritu rekrystalizací z acetonu je velký rozdíl v rozpustnosti pentritu a dipentaerytrithexanitratu s důsledkem ochuzování obsahu dipentaerytrithexanitratu v rafinovaném pentritu, v případě rekrystalizace pentritu z acetonu srážením vodou a úplným odpařením acetonu je nevýhodou vysrážení všech nečistot na povrchu krystalů pentritu. Nevýhodou zmíněných způsobů čištění pentritu krystalizací z kyseliny dusičné a promýváním pentritu kyselinou dusičnou jsou ztráty pentritu rozpustností v kyselině dusičné vyšší koncentrace, snižování manipulační bezpečnosti odpadní kyseliny s důsledkem nutnosti její stabilizace. Nevýhodou zmíněných způsobů čištění pentritu krystalizací z nitrometanu, etylénglykolu, isopropylacetátu, n-amylnacetátu, benzenu, ledové kyseliny octové nebo z etylacetátu je malý rozdíl v rozpustnosti dipentaerytrithexanitratu a ostatních nečistot surového pentritu a hygienická závadnost některých rozpouštědel. Nevýhodou zmíněného způsobu čištění pentritu extrakcí nečistot trichlormetanem je malý rozdíl v rozpustnosti dipentaerytrithexanitratu a ostatních nečistot surového pentritu.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob čištění pentritu rekrystalovaného z kyseliny dusičné a/nebo z acetonu podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že 1 hmot. díl surového pentritu se při teplotě 0 °C až 30 °C smísí s 0,5 až 3,5 hmot. díly dietyléteru, suspenze se zpracuje filtrací nebo odstředěním a dietyléter se z filtračního koláče pentritu odstraní odpařením. Filtrační koláč pentritu je možno po odsátí filtrátu promýt dietyléterem při teplotě 0 °C až 30 °C.

Způsobem podle vynálezu se postupuje tak, že surový pentrit po vykrytlování z kyseliny dusičné a/nebo po povrchové stabilizaci neutralizací remanentní acidity vodným roztokem uhličitanu sodného a vodou a/nebo po rekrystalizaci z acetonu se při teplotě 0 °C až 30 °C smísí s dietyléterem, suspenze se zpracuje filtrací nebo odstředěním a dietyléter se z filtračního koláče pentritu odstraní odpařením. Smísení s dietyléterem může proběhnout jednorázově nebo v několika dávkách. Filtrační koláč pentritu může být po odsátí filtrátu promyt dietyléterem při teplotě 0 °C až 30 °C. Dietyléter z filtrátů je možno regenerovat například vakuovou destilací, extrakt nečistot je možno likvidovat například spalováním. Poslední promývací podíl dietyléteru může být recyklován jako první podíl extrakčního činidla do frakčního procesu.

Čištění surového pentritu extrakcí dietyléterem umožňuje odstranění nečistot s výjimkou dipentaerytrithexanitratu a tripentarytritoktanitratu. Nečistoty rozpustné v dietyléteru

o nahnědlém zbarvení a silně viskózní lepkavé konzistenci jsou v důsledku jejich podstatně vyšší rozpustnosti v kyselině dusičné respektive v acetonu usazeny ve filmové vrstvě na povrchu krystalů pentritu a zhoršují jeho sypanost, chemickou stabilitu a teplotu tání. Dipentaerytrihexanitrát a tripentaerytritoktanitrát zůstávají přítomny v pentritu po extrakci podle vynálezu v důsledku jejich velmi nízké rozpustnosti v dietyléteru, avšak jejich přítomnost neovlivňuje nepříznivě sypanost a chemickou stabilitu pentritu. Jejich přítomnost v pentritu naopak příznivě ovlivňuje snížení citlivosti pentritu k mechanickým impulsům a tvar krystalů pentritu při krystalizaci z vodně-acetonického prostředí ve smyslu zkrácení dipyramidálně ditetragonálních krystalů v podélné ose. Čištění surového pentritu extrakcí dietyléterem podle vynálezu umožňuje získání sypkého pentritu o vyhovující teplotě tání a chemické stabilitě i při zpracování pentaerytritu nevyhovující kvality. Pro bližší objasnění podstaty vynálezu jsou uvedeny příklady provedení, jimiž však není vynález vyčerpán ani omezen.

P ř í k l a d 1

Do plášťované nádoby z nerezavějící oceli a objemu 3 000 ml, opatřené míchadlem a teploměrem, chlazené nepřímo vodou, bylo předloženo 750 g kyseliny dusičné o koncentraci 98 hmot. procent. Po vytemperování předložené kyseliny dusičné za míchání na teplotu 15 °C bylo započato s dávkováním pentaerytritu. Během rovnoměrného dávkování v teplotním rozmezí od 15 °C do 17,5 °C, trvajících celkem 30 minut, bylo vneseno celkem 150 g pentaerytritu o koncentraci 91,3 hmot. % a teplotě tání v rozmezí od 165 °C do 205 °C.

Pak byla reakční směs ponechána doreagovat při teplotě 17,5 °C po dobu 30 minut. Pak byla reakční směs za míchání a ochlazení vyředěna při teplotě 19 °C přidávkem 1 500 ml vody a vyředěná reakční směs byla zfiltrována. Filtrační koláč surového pentritu byl pak promyt vodou a vodným roztokem uhličitánu sodného do neutrality. Po dofiltrování prací vody byl surový pentrit rozpuštěn v acetonu, zbaven okludované remanentní acidity přidávkem vodného roztoku uhličitánu sodného a podroben rekrystalizaci srážením vodou a totálním odvařením acetonu za míchání v teplotním rozmezí od 60 °C do 100 °C. Vzniklá suspenze pentritu ve vodě byla po ochlazení na 20 °C zfiltrována a filtrační koláč rekrystalovaného pentritu byl vysušen při teplotě 60 °C. Získaný pentrit nahnědlého zbarvení, špatně sypaný, s tendencí ke slepování, byl smísen při teplotě 20 °C se 400 ml dietyléteru a po zamíchání a stání po dobu 10 minut byla suspenze zfiltrována. Po odsátí byl filtrační koláč smísen s dalším podílem 300 ml dietyléteru a po zamíchání a stání po dobu 15 minut byla suspenze zfiltrována. Filtrační koláč rafinovaného pentritu byl po odsátí zbaven zbytku dietyléteru odpařením. Spojené filtry dietylérického extraktu byly zbaveny dietyléteru odpařením.

Bylo získáno 378 g sypkého pentritu bílého zbarvení o teplotě tání 140,6 °C a 16 g etyléterického extraktu hnědého zbarvení a sirupovité konzistence, obsahující kromě malého množství pentritu a dipentaerytrihexanitrátu směs vysokomolekulárních látek neidentifikovaného složení.

P ř í k l a d 2

Do plášťované nádoby z nerezavějící oceli o objemu 3 000 ml, opatřené míchadlem a teploměrem, chlazené nepřímo vodou, bylo předloženo 750 g kyseliny dusičné o koncentraci 98 hmot. procent. Po vytemperování předložené kyseliny dusičné za míchání na teplotu 15 °C bylo započato s dávkováním pentaerytritu. Během rovnoměrného dávkování v teplotním rozmezí od 15 °C do 17,5 °C, trvajících celkem 30 minut, bylo vneseno celkem 150 g pentaerytritu o koncentraci 91,3 hmot. % a teplotě tání v rozmezí od 165 °C do 205 °C.

Pak byla reakční směs ponechána doreagovat při teplotě 17,5 °C po dobu 30 minut. Po doreagování byla reakční směs zfiltrována. Filtrační koláč surového pentritu po odsátí nevyředěné odpadní kyseliny byl zpracován dále neutralizací remanentní acidity a rekrystalizací z acetonu postupem podle příkladu 1.

Filtrát odpadní kyseliny pak byl za míchání a chlazení při teplotě 19 °C vyředěn postupným nadávkováním do 1 500 ml předložené vody. Po 24 hodinách stání byl z odpadní kyseliny filtrací oddělen pevný podíl v množství 8,8 g, který byl vyextrahován pěti dávkami dietyléteru v množství po 40 ml. Ze spojených etyléterických výtřepků byl pak na vodní lázni odvařen dietyléter. Bylo získáno 0,5 g v dietyléteru nerozpustné bílé krystalické látky o obsahu nitrátového dusíku 15,07 hmot. %, obsahující dipentaerytrithexanitrat o malé množství pentritu a tripentaerytritoktanitrátu. Dále bylo získáno 8,3 g etyléterického extraktu hnědého zbarvení, sirupovité konzistence, o obsahu 14,3 % hmot. dusíku celkového respektive 13,4 hmotnostních % dusíku nitrátového, obsahující kromě velmi malého množství pentritu směs většího počtu látek, především vysokomolekulárních. Identifikace látek byla provedena pomocí infračervené spektroskopie.

P R Ě D M Ě T V Y N Ā L E Z U

1. Způsob čištění pentritu rekrystalovaného z kyseliny dusičné a/nebo z acetonu, vyznačený tím, že 1 hmotnostní díl surového pentritu se při teplotě 0 °C až 30 °C smísí s 0,5 až 3,5 hmotnostními díly dietyléteru, suspenze se zpracuje filtrací nebo odstředěním a dietyléter se z filtračního koláče pentritu odstraní odpařením.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že filtrační koláč pentritu se po odsátí filtrátu jedenkrát až třikrát promyje 0,5 až 3,5 hmotnostními díly dietyléteru při teplotě 0 °C až 30 °C.