

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

84504

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 06.05.74 (P. 170858)

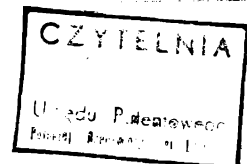
Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 02.05.75

Opis patentowy opublikowano: 15.12.1978

MKP C07d 55/42

Int. Cl². C07D 251/32



Twórcy wynalazku: Mieczysław Kucharski, Edward Rokaszewski, Aleksandra Rokaszewska

Uprawniony z patentu : Politechnika Rzeszowska im. Ignacego Łukasiewicza,
Rzeszów (Polska)

Sposób oczyszczania kwasu cyjanurowego

Przedmiotem wynalazku jest sposób oczyszczania kwasu cyjanurowego oparty na wykorzystaniu własności roztworów pochodnych kwasu izocyjanurowego.

Znane dotychczas sposoby oczyszczania surowego kwasu cyjanurowego polegają na oddzieleniu zanieczyszczeń, głównie ammelidu i ammeliny przy wykorzystaniu różnic w rozpuszczalnościach, albo na hydrolizie wymienionych zanieczyszczeń w gorących roztworach kwasów mineralnych. Pierwsza grupa metod wymaga użycia drogich rozpuszczalników, na przykład N,N-dwumetyloformamidu, natomiast oczyszczenie na drodze hydrolizy jest mało skuteczne, gdyż prowadzi się je w układzie heterogennym co nie gwarantuje wysokiej czystości produktu.

Celem wynalazku jest uniknięcie wad dotychczas znanych sposobów oczyszczania kwasu cyjanurowego. Dla zrealizowania tego celu opracowano nowy sposób oczyszczania kwasu cyjanurowego, gwarantującego uzyskanie produktu o wysokiej czystości przy zastosowaniu możliwie prostych zabiegów.

W nowym sposobie według wynalazku surowy kwas cyjanurowy oczyszcza się poddając go reakcji chemicznej z formaldehydem w postaci formaliny przy stosunku molowym 1 : 3, utrzymując pH w zakresie 6 ÷ 6,5, w wyniku której uzyskuje się wodny roztwór trójmetylolopo pochodnej kwasu izocyjanurowego i zdyspergowany osad zanieczyszczeń chemicznych oraz mechanicznych, który oddziela się na drodze filtracji lub sedymentacji. Oczyszczony roztwór odwadnia się na drodze destylacji pod zmniejszonym ciśnieniem w temperaturze 40 do 60°C, aż do uzyskania syropowatego produktu, zawierającego 5 do 10% wagowych wody oraz 90 do 95% wagowych trójmetylolopo pochodnej kwasu izocyjanurowego, który z kolei rozpuszcza się w alkoholu, najkorzystniej w metanolu, tak aby powstały roztwór zawierał nie więcej jak 60% wagowych trójmetylolopo pochodnej kwasu izocyjanurowego. Otrzymany roztwór utrzymuje się w temperaturze 30 do 60°C przy ciągłym mieszaniu, w trakcie którego wytrąca się osad czystego kwasu cyjanurowego, który po odsączeniu ogrzewa się przez około 1 godzinę z równą wagowo ilością wodnego roztworu chlorku amonu lub wody w stanie wrzenia, a następnie ochładza do temperatury 30 do 40°C, odsącza kwas cyjanurowy, przemywa zimną wodą i suszy w temperaturze powyżej 100°C. W dalszym toku postępowania można odzyskać pozostałą ilość kwasu cyjanurowego oraz formaldehyd wprowadzając do metanolowego przesączu nową porcję surowego kwasu cyjanurowego, a następnie w temperaturze 40 do 60°C pod obniżonym ciśnieniem oddestylowuje się metanol, po czym żywicowaty pro-

dukt łączy się z destylatem poformalinowym i ogrzewa przez około 1 godzinę w temperaturze 90 do 96°C. Dalsze operacje prowadzi się analogicznie jak wcześniej opisano.

Oczyszczony kwas cyjanurowy sposobem według wynalazku zawiera ponad 99% wagowych czystego składnika. Niezależnie od możliwości otrzymania wysokiej czystości kwasu cyjanurowego, opisany sposób oczyszczania umożliwia okresową regenerację formaldehydu i użytego alkoholu, co stanowi jego istotną zaletę z ekonomicznego punktu widzenia. Proces oczyszczania według wynalazku może być prowadzony w typowej aparaturze przemysłowej.

P r z y k ł a d. Surowy kwas cyjanurowy w ilości 130 g (około 1 mol), zawierający około 10 % wagowych ubocznych produktów rozkładu mocznika rozpuszcza się w 250 ml 38% wagowo formaliny (około 3 mole formaldehydu) w ciągu 1 godziny w temperaturze 90 do 96°C przy szybkim mieszaniu pod chłodnicą zwrotną. W trakcie ogrzewania powstaje syropowaty roztwór, którego pH reguluje się do około 6 do 6,5 przy pomocy 10% wodnego roztworu wodorotlenku sodu. Po ochłodzeniu roztworu do temperatury około 40°C zanieczyszczenia odsąca się, a z przesączu oddestylowuje się wodę w temperaturze 40 do 60°C pod zmniejszonym ciśnieniem, otrzymując syropowaty produkt w ilości około 230 g, do którego w temperaturze 60°C wprowadza się około 200 g metanolu. Metanolowy roztwór ogrzewa się w temperaturze 40°C przez 1,5 godziny, regulując jego pH do 6,5. W trakcie ogrzewania i mieszania wytrąca się biały drobnokrystaliczny osad kwasu cyjanurowego, który sączy się i ogrzewa przez 1 godzinę z równą wagowo ilością 10% wodnego roztworu chlorku amonu w stanie wrzenia. Po ochłodzeniu dyspersji do temperatury 40°C kwas cyjanurowy odsąca się, przemywa zimną wodą i suszy w temperaturze powyżej 100°C. Otrzymuje się około 80 g kwasu cyjanurowego o stopniu czystości powyżej 99% wagowych. Przesącz metanolowy miesza się z 80 g surowego kwasu cyjanurowego i w temperaturze 60°C oddestylowuje się metanol pod zmniejszonym ciśnieniem. Żywicowaty produkt łączy się z destylatem poformalinowym, dodaje 25 ml świeżej formaliny i całość ogrzewa przez 1 godzinę w temperaturze 90 do 96°C. Dalszy proces oczyszczania prowadzi się analogicznie jak poprzednio, uzyskując podobne efekty.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób oczyszczania kwasu cyjanurowego, z n a m i e n n y t y m , że surowy kwas cyjanurowy oczyszcza się, poddając go reakcji chemicznej z formaldehydem w postaci formaliny przy stosunku molowym 1 : 3, utrzymując pH w zakresie 6 do 6,5, w wyniku której uzyskuje się wodny roztwór trójmetylołopochodnej kwasu izocyjanurowego i zdyspergowany osad zanieczyszczeń chemicznych oraz mechanicznych, który oddziela się na drodze filtracji lub sedymentacji, po czym oczyszczony roztwór odwadnia się przez destylację pod zmniejszonym ciśnieniem do produktu zawierającego 5 do 10% wagowych wody oraz 90 do 95% wagowych trójmetylołopochodnej kwasu izocyjanurowego, który z kolei rozpuszcza się w alkoholu, najkorzystniej w metanolu, tak aby powstały roztwór zawierał nie więcej jak 60% wagowych trójmetylołopochodnej i otrzymany roztwór utrzymuje się w temperaturze 30 do 60°C przy ciągłym mieszaniu w trakcie którego wytrąca się osad czystego kwasu cyjanurowego, który po odsączeniu ogrzewa się z wodnym roztworem chlorku amonu lub wodą w stanie wrzenia, chłodzi do temperatury 30 do 40°C, ponownie sączy, przemywa wodą i suszy.

2. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m , że metanolowy roztwór formaldehydu łączy się z kolejną porcją surowego kwasu cyjanurowego, oddestylowuje pod obniżonym ciśnieniem metanol a pozostałość łączy się z destylatem poformalinowym, albo metanolowy roztwór formaldehydu wymieszany z kwasem cyjanurowym łączy się z destylatem poformalinowym i oddestylowuje metanol, otrzymując po uzupełnieniu strat formaldehydu wodny roztwór trójmetylołopochodnej i zdyspergowany osad zanieczyszczeń, z którego otrzymuje się nową porcję czystego kwasu cyjanurowego.