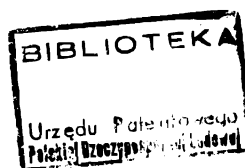


Warszawa, 8 stycznia 1934 r.

COTC 79/16

URZĄD PATENTOWY



2

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ OPIS PATENTOWY

Nr 19088.

Kl. 12 o, 3/05.

Josef Meissner
(Burbach, Niemcy).

MKP COTC, 79/16

Sposób ciągłego nitrowania pentaerytrytu.

Zgłoszono 22 września 1930 r.

Udzielono 29 września 1933 r.

Pierwszeństwo: 28 września 1929 r. (Niemcy).

Wytwarzanie nitropentaerytrytu odbywało się dotychczas w kilku okresach roboczych, a mianowicie po nitrowaniu przeprowadzano mycie i przekrystalizowanie. Głównym zabiegiem jest przytem nitrowanie, które wymaga wiele czasu i wielkiej uwagi, zwłaszcza przy utrzymywaniu odpowiedniej temperatury. Pary tlenu azotu, uchodzące przy nitrowaniu wielkich ilości produktu, są przytem niebezpieczne dla osób obsługujących.

Szybkość wytwarzania nitropentaerytrytu zależy więc od przebiegu nitrowania, trwającego 4 do 5 godzin. Wobec tego otrzymywane ilości tego produktu są stosunkowo małe w porównaniu z wymiarami urządzenia. Np. w celu otrzymania 200 kg

produktu w przeciągu 8 godzin, koniecznem jest stosowanie 12 urządzeń do nitrowania. Również inne części urządzenia posiadały wielkie wymiary.

Inne wady polegały na wielkich kosztach budowy i utrzymywania urządzeń, jak również na przerwach w ruchu z powodu zapalania się ładunków, na wielkiem zużyciu pary i wody oraz na stratach kwasu azotowego.

Próby wykazały, iż nitrowanie pentaerytrytu może być przeprowadzane bez przerwy, przyczem można doprowadzać pentaerytryt w postaci stałej lub też w znany sposób rozpuszczony w kwasie siarkowym. Przy tym sposobie przeprowadza się kwas azotowy i estry pentaerytrytowe kwasu

siarkowego przez urządzenie do nitrowania, poczem produkt odpływa wraz z kwasem odpadkowym. Temperaturę reguluje się odpowiednio do przebiegu reakcji, przy czem stosuje się takie kwasy, iż ciężar gatunkowy stosowanego kwasu, jak również kwasu odpadkowego jest większy niż ciężar gatunkowy kryształków otrzymanego produktu. Dzięki temu kryształki nitropentaerytrytu utrzymują się na powierzchni kwasu.

Przykład. 5 części kwasu azotowego miesza się bez przerwy z równowartościowymi ilościami roztworu 1 części pentaerytrytu i 4 części 85%-owego kwasu siarkowego i mieszaninę, utrzymywaną w ruchu, doprowadza się do urządzenia nitrującego, w którym można temperaturę bez obawy wybuchu podwyższyć do $90^{\circ} \div 100^{\circ}$. Cały zabieg aż do otrzymania pożądanego produktu trwa 10 $\div$ 15 minut. Otrzymywane ilości wynoszą 99% teoretycznej ilości nitropentaerytrytu.

W porównaniu ze znanymi sposobami ciągłego nitrowania, np. ze sposobem, opisanym w patencie niemieckim Nr 287799, sposób według wynalazku odróżnia się tem, iż przeprowadzanie go wymaga w rozmaitych okresach stosowania rozmaitych temperatur odpowiednio do przebiegu. Oprócz tego ciecze płyną w jednym kierunku, podczas gdy kierunki te w znanych sposobach są naogół przeciwne.

Sposób ciągłego nitrowania, opisany w patencie szwajcarskim Nr 133471, dotyczy wytwarzania nitrogliceryny, nie nadaje się jednak do nitrowania w tym przypadku, w którym produkt otrzymuje się w postaci kryształków. Sposób według patentu niemieckiego Nr 201623 służy do wytwarzania jednonitrowych węglowodorów aromatycznych.

Urządzenie do wykonania sposobu według wynalazku, uwidocznione na rysunku, posiada rury dopływowe 1, 2 dla cieczy wyjściowych i mieszań 4, umieszczone w osłonie 3 i ułożyskowane w podporze 5. Osłona 3 otoczona jest drugą ścianą 6 i zamknięta pokrywą 7. Rurą 8 odpływa nitropentaerytryt i kwas odpadkowy, a rurą 9 — tlenki azotu.

Zalety sposobu według wynalazku wynikają jasno z następującego porównania. Zapomocą urządzenia według wynalazku o średnicy w przybliżeniu 300 mm i wysokości 1,5 $\div$ 2 m otrzymuje się w przeciągu 8 godzin 200 $\div$ 250 kg nitropentaerytrytu, podczas gdy dotychczas znane sposoby wymagały dla tego samego celu 10 urządzeń, każdy o zawartości 300 l.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób ciągłego nitrowania pentaerytrytu, przy którym stosuje się mieszaniny równowartościowych ilości pentaerytrytu, rozpuszczonego w kwasie siarkowym, i kwasu azotowego, znamieny tem, że materiały wyjściowe doprowadza się przez rury (1, 2) do naczynia cylindrycznego (3), otoczonego płaszczem chłodzącym (6), w którym przeprowadza się nitrowanie przy ciągłym mechanicznym zmieszaniu (mieszań 4), utrzymywaniu stałych temperatur w poszczególnych warstwach reagującej masy i odprowadzaniu powstających gazów tlenku azotu, poczem otrzymany nitropentaerytryt odprowadza się bez przerwy wraz z kwasem odpadkowym (np. rurą 8).

Josef Meissner.
Zastępca: Inż. H. Sokal,
rzecznik patentowy.

