

Warszawa, 21 grudnia 1935 r.

URZĄD PATENTOWY



606b 3/00

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 22322.

Kl. 78 c, 14.

Państwowa Wytwórnia Prochu *)
(Pionki, Polska).

78c 3/00

Sposób stabilizacji czteroazotanu pentaerytrytu.

Zgłoszono 21 listopada 1934 r.
Udzielono 26 października 1935 r.

Wynalazek niniejszy dotyczy sposobu stabilizacji czteroazotanu pentaerytrytu za pomocą krystalizacji z acetonu.

Wynalazek polega na tem, że surowy czteroazotan pentaerytrytu rozpuszcza się w acetonie na gorąco, dodaje 0,25% — 1% węglanu potasu i gotuje przez godzinę w temperaturze 61°. Następnie przy ciągłym mieszaniu chłodzi się roztwór do temperatury 10°C, wskutek czego następuje wytrącenie około 70% krystalicznego czteroazotanu pentaerytrytu, który odsącza się od pozostałego roztworu acetonowego.

Roztworu po krystalizacji używa się kilkakrotnie (najmniej 3 razy) do dalszych krystalizacyj.

Odsączony czteroazotan pentaerytrytu wrzuca się do wody i miesza w temperaturze 65°C przez 15 minut. Jeśli woda wykazuje odczyn kwaśny, zobojeźnia się ją węglanem potasu do odczynu słabo alkalicznego.

Sposób ten daje produkt o znacznie lepszej stałości, niż dotychczasowe znane sposoby krystalizacji z acetonu przez wytrącenie wodą, alkoholem, czy też odparowa-

*) Właścicielka patentu oświadczyła, że wynalazcami są: Jerzy Kardaszewicz i Tadeusz Wesołowski w Pionkach.

nie. Wystabilizowany w ten sposób czteroazotan pentaerytrytu, ogrzewany w temperaturze $134,5^{\circ} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$, wytrzymuje 5 godzin bez wybuchu i nie odbarwia papierku metylfioletowego przed upływem 100 minut, podczas gdy wytrącony z acetonu wodą odbarwia papierek ten już po 45 minutach.

Otrzymywanie lepszej stałości czteroazotanu pentaerytrytu według sposobu, podanego w niniejszym patencie, polega na tem, że przy krystalizacji przez oziębienie większość produktów, powodujących obniżenie stałości, pozostaje w roztworze acetonowym. Przy wytrącaniu wodą wytrącają się również produkty uboczne, które nie dają się już później usunąć z produktu i zmniejszają wydatnie jego stałość.

Gotowanie roztworu czteroazotanu pentaerytrytu w acetonie z dodatkiem węgla potasu ma na celu zobojętnienie kwasów i rozkład mniej trwałych produktów ubocznych, wpływających ujemnie na stałość.

Przykład. Do aparatu, ogrzewanego z zewnątrz gorącą wodą, wlewa się 105 litrów acetonu, wsypuje 50 kg surowego czteroazotanu pentaerytrytu, podsuszonego na wolnym powietrzu do zawartości wilgoci około 0,5%, dodaje 0,25 kg węgla potasu

i ogrzewa przy ciągłym mieszaniu do temperatury 61°C .

W temperaturze tej gotuje się roztwór, przy użyciu chłodnicy zwrotnej, w ciągu jednej godziny. Następnie bardzo powoli chłodzi się aparat wodą. Szybsze chłodzenie powoduje osadzanie się skorupy czteroazotanu pentaerytrytu na ściankach aparatu.

Po ochłodzeniu do 10°C wykrystalizowany produkt odsącza się na filtrze płóciennym i wypłukuje przez 15 minut ciepłą wodą (o temperaturze 65°C).

Jeśli woda wykazuje odczyn kwaśny, zobojętnia się ją węglanem potasu.

Z pierwszej krystalizacji otrzymuje się 34 kg krystalicznego czteroazotanu pentaerytrytu i 100 litrów roztworu acetonowego.

Do drugiej krystalizacji używa się 100 litrów roztworu acetonowego i 32,5 kg surowego czteroazotanu pentaerytrytu, do trzeciej — 95 litrów roztworu i 27,5 kg produktu. Postępowanie przy dwóch następnych krystalizacjach jest takie samo, jak przy pierwszej. Ostatni roztwór w ilości 90 litrów wlewa się przy energicznym mieszaniu do 180 litrów wody, przyczem następuje ostateczne wytrącenie reszty produktu, który się zawraca i przekrystalizowuje, jak wyżej.

Zestawienie użytych do krystalizacji i otrzymanych z niej produktów:

Numer porządkowy krystalizacji	Użyto do krystalizacji		Otrzymano po krystalizacji	
	Acetonu lub roztworu acetonu	Surowego czteroazotanu pentaerytrytu	Roztworu acetonowego	Krystalicznego czteroazotanu pentaerytrytu
I.	105 litr.	50 kg	100 litr.	34 kg
II.	100 „	32,5 „	95 „	31 „
III.	95 „	27,5 „	90 „	25 „
IV.	90 „	Wytrącenie wodą	270 „	17 „

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób stabilizacji czteroazotanu pentaerytrytu, znamienny tem, że surowy czteroazotan pentaerytrytu rozpuszcza się w acetonie, gotuje w temperaturze wrzenia

roztworu przez 1 — 4 godzin, chłodzi do 10°C i odsącza wykrystalizowany produkt na filtrze płóciennym lub w prasie filtracyjnej.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że w czasie gotowania roztworu aceto-

nowego czteroazotanu pentaerytrytu dodaje się 0,25 — 1% węglanu potasu.

Państwowa Wytwórnia Prochu.

Zastępca: K. Czempiński,

rzecznik patentowy.