



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

196319
(11) (B2)

[51] Int. Cl.³
C 07 D 251/28

[22] Přihlášeno 20 08 76
[21] (PV 5423-76)

[32] [31] [33] Právo přednosti od 23 08 75
(P 25 37 673.2)
Německá spolková republika

[40] Zveřejněno 29 06 79

[45] Vydáno 15 01 83

[72]

Autor vynálezu

GEIGER FRIEDHELM dr.,
HEIMBERGER WERNER dr., HANAU a
LÜSSLING THEODOR dr., KONSTANZ (NSR)

[73]

Majitel patentu

DEUTSCHE GOLD- UND SILBER-SCHNEIDANSTALT
VORMALS ROESSLER, FRANKFURT/M. (NSR)

(54) Způsob výroby jemnozrnného pevného kyanurchloridu a zařízení
k provádění tohoto způsobu

1

Je znám postup, při kterém se plynný kyanurchlorid vylučuje v pevné formě desublimací v prostoru zvenčí chlazeném za vyloučení stavu kapalně fáze. Přitom nelze zabránit tomu, aby vedle jemného kyanurchloridu nevznikaly také hrubozrnné krystaly, které se usazují na vestavěných zařízeních a na stěnách odlučovače, a po určité provozní době je nutné tyto úsady mechanicky otlouci, viz patentový spis DE č. 1 266 308.

Vedle toho jsou známy postupy vylučování kyanurchloridu pomocí proudu chladného inertního plynu, při nichž se sice zabránilo vylučování velkých agregátů, avšak dále zařazené cyklóny a příslušná potrubí se ucpávají úsadami pevných látek a kromě toho je v důsledku vysokého tlaku par kyanurchlorid vynášen s odplynem. To je však z důvodů ochrany prostředí nepřijatelné (patentový spis DE č. 1 071 709).

Tyto nevýhody se odstraní, jestliže se páry kyanurchloridu ochlazují za použití speciálního zařízení s pomocí chladicí kapaliny, která se při ochlazování odpařuje (DE patentový spis č. 1 266 308). Avšak ani tento způsob práce není úplně uspokojivý, neboť vylučovací kolonu je třeba ve spodní části udržovat při teplotě nad bodem varu chladicí kapaliny.

Nyní bylo nalezeno, že se jemnozrnný pev-

2

ný kyanurchlorid nechá snadno získat za vyloučení výše uvedených nevýhod, jestliže se kapalný kyanurchlorid vstříkuje do vylučovací kolony, ochladí se inertním plynem, uváděným po kruhové dráze tak, že se kyanurchlorid vylučuje v krystalické formě. Přitom ohřáté plyny, obsahující páry kyanurchloridu, se v dále zařazené druhé koloně zbaví odpařeného kyanurchloridu promýváním protiproudě vedenou kapalinou, která je vůči kyanurchloridu inertní a která kyanurchlorid dobře rozpouští, plyny se přitom zároveň ochladí a opět se uvádějí do vylučovací kolony. Teplota promývací kapaliny s rozpuštěným kyanurchloridem, která při promývacím procesu stoupá, se znovu sníží na původní teplotu kruhovým prouděním nad chladičem. Vnitřní strana potrubí navazujícího na vylučovací kolonu a vedoucího k promývací koloně je trvale obtékána promývací kapalinou. Část proudu promývací kapaliny obsahující kyanurchlorid se rozděluje ve třetí, destilační koloně, a to na čistý kapalný kyanurchlorid, který se recykluje do promývací kolony.

Čím nižší je zvolená teplota ochlazování, tím méně cirkulačního plynu je třeba k ochlazování a krystalizaci kapalného kyanurchloridu. Běžná je teplota plynu od 0 do 100 °C, s výhodou od 20 do 60 °C. Jako inertní

plyny se používají především vzduch nebo dusík.

Oproti známé resublimaci par kyanurchloridu se v souhlase se způsobem podle vynálezu ve stupni vylučování odvádí pouze $\frac{1}{3}$ tepla, které se uvolňuje při desublimaci, neboť výparné teplo bylo systému odebráno již dříve při zkapalňování kyanurchloridu. Jelikož se způsobem podle vynálezu pracuje se zkapalněným kyanurchloridem, používá se kyanurchlorid, který neobsahuje chlor ani chlor-
kyan.

Tím se oddělování chlorkyanu nezreagovaného při trimetrisaci, jakož i popřípadě přítomného chloru stane zbytečným. Tato skutečnost je další podstatnou výhodou způsobu podle vynálezu, neboť chlor a chlor-
kyan, pokud se dostanou do styku s promývacími kapalinami používanými podle vynálezu, mohou způsobit silnou korozi ve vylučovací koloně, v potrubích a čerpadlech, jakož i v promývací koloně.

Těmto korozním jevům je nyní zabráněno, neboť kyanurchlorid je zcela prost příměsí způsobujících korozi.

Používá-li se k ochlazování plynu nasyceného parami kyanurchloridu promývací kapalina, jejíž teplota varu je vyšší než teplota kyanurchloridu, je možno kyanurchlorid rozpuštěný v promývacím prostředí znovu získat frakční destilací v koloně, jejíž kondenzátor je udržován při teplotě nad teplotou tání kyanurchloridu, a takto získaný kyanurchlorid popřípadě opět vést k nástřiku. Rozpouštědlo odpadající z paty této kolony se v oběhu používá opět k ochlazování inertního plynu.

Aby se zabránilo vynášení odplynů do atmosféry z destilační kolony při tomto způsobu zpětného získávání promývací kapaliny, musí být zařazena další promývací kolona, která pracuje se stejným rozpouštědlem.

Podle jiného způsobu provedení se také může zvolit rozpouštědlo, jehož teplota varu leží pod teplotou varu kyanurchloridu, jako na příklad m-chlortrifluortoluen. V tomto případě se pak rozpouštědlo odtahuje z hlavy kolony, u paty kolony zůstává čistý kapalný kyanurchlorid.

Jako promývací kapalina, která slouží jak ke chlazení inertních plynů zúčastňujících se oběhu, tak i k rozpouštění kyanurchloridu strženého v důsledku jeho vysokého tlaku par, se hodí všechny inertní kapaliny rozpouštějící kyanurchlorid, jako alifatické uhlovodíky, jejichž halogenderiváty, ketony a směsi těchto látek. Velmi vhodné jsou toluen, xylen, 1,2,4-trichlorbenzen, hexachlorbutadien, dodecylbenzen, m-chlortrifluortoluen, hexafluorxylen, trichlortrifluoretan, trifluorpentachlorpropan, perfluoroctan nebo jejich směsi. Zvláště výhodné jsou m-chlortrifluortoluen, hexafluorxylen, dodecylbenzen a toluen.

K provedení způsobu podle vynálezu není tlak kritický; pracuje se v rozmezí tlaků od 0,05 do 1 MPa, s výhodou 0,1 až 0,5 MPa.

Způsob podle vynálezu bude nyní blíže vysvětlen pomocí obr. 1; použito je rozpouštědlo o vyšší teplotě varu, než je teplota varu kyanurchloridu.

Kapalný kyanurchlorid se ze zásobní nádrže 1 pomocí čerpadla 2 uvádí potrubím 111 a tryskou 4 do vylučovací kolony 3 a zde se rozprašuje. Na vylučovací koloně 3 je umístěno výpustní hrdlo 5 pro pevný kyanurchlorid, odtahová trubka 6, kterou prochází cirkulační plyn do promývací kolony 7 a přes dmychadlo 8 a vedením 112 se v místě 9 vrací do vylučovací kolony 3. Část rozpouštědla z promývací kolony 7 se pomocí čerpadla 11 uvádí potrubím 113 do odtahové trubky 6 v místě 10. Další část proudu rozpouštědla se přes chladič 12 a potrubí 114 přivádí do promývací kolony 7 v protiproudu k plynu.

Další část rozpouštědla obsahující kyanurchlorid se potrubím 115 přes výměník tepla 13 přivádí na destilační kolonu 14, přes jejíž hlavu dospěje kyanurchlorid do kondenzátoru 15, udržovaného na teplotě 150 °C, a do zachytné nádoby 16. Kyanurchlorid se může odebírat jako takový nebo, jak je uvedeno na obrázku vracet vedením 116 přes čerpadlo 17 do zásobní nádrže 1; část jeho proudu se odděluje a potrubím 117 se přivádí na destilační kolonu 14 jako zpětný tok. Rozpouštědlo z paty této kolony se pomocí čerpadla 18 uvádí přes výměník tepla 13 potrubím 118 na promývací kolonu 19, z jejíž paty se pomocí čerpadla 20 vrací vedením 119 do oběhu kapaliny promývací kolony 7. Kondenzátor 15 a zachytná nádoba 16 jsou odvětrány potrubím 120 a 121 do promývací kolony 19.

Příklad 1

(Obr. 1)

Teplota varu promývacího rozpouštědla je vyšší než teplota varu kyanurchloridu.

Ze zásobní nádrže se pomocí čerpadla 2 potrubím 111 a tryskou 4 nastřikuje do vylučovací kolony 3 kapalný kyanurchlorid teplý 150 °C v množství 2,5 kg/h. Zároveň se v místě 9 uvádí 36 m³/h dusíku teplého 20 °C. Dusík obsahující kyanurchlorid, který vystupuje s teplotou 60 °C z vylučovací kolony 3 odtahovací tryskou 6, jejíž stěny 10 jsou postříkovány dodecylbenzenem, se v promývací koloně 7 protiproudě ochlazuje dodecylbenzenem v množství 100 kg/h, zároveň se vymývá kyanurchlorid a dusík se znovu vrací do vylučovací kolony 3 pomocí dmychadla 8 a vedení 112. Dodecylbenzen se v chladiči 12 ochladí natolik, aby bylo možno cirkulační plyn vracet s teplotou 20 °C pomocí čerpadla 8 zpět do vylučovací kolony 3.

V oběhu rozpouštědla 7 — 11 — 13 — 114 se odčerpává za jednu hodinu 10,3 kg 3% roztoku kyanurchloridu v dodecylbenzenu

pomocí čerpadla 11 vedením 115 přes výměník tepla 13 do destilační kolony 14, kde se provádí destilační dělení na čistý kapalný kyanurchlorid a čistý dodecylbenzen. Dodecylbenzen od paty kolony se čerpadlem 18 vede přes záchytnou nádobu 16, čerpadlo 17 a k hlavě promývací kolony 19 odplynou a od tud se vrací opět k hlavě promývací kolony 7 přes čerpadlo 20, vedení 119, chladič 12 a potrubí 114.

Kyanurchlorid z hlavy destilační kolony 14 se ochlazuje v kondenzátoru 15 na teplotu 150 °C a v kapalném stavu se recykluje přes záchytnou nádobku 16, čerpadlo 17 a vedení 116 do zásobní nádrže 1 kapalného kyanurchloridu.

Aby se u paty destilační kolony 14 odebíral kvantitativně obohacený dodecylbenzen, odvětvuje se část proudu kondensovaného kyanurchloridu ze záchytné nádoby 16 pomocí čerpadla 17 potrubím 117 jako zpětný tok do destilační kolony 14.

Kondenzátor 15 a záchytná nádoba 16 jsou odvětrány přes potrubí 121, respektive 120 do promývací kolony 19, provozované s dodecylbenzenem, aby nedocházelo k vynášení odplynů s obsahem kyanurchloridu do atmosféry.

Na dno vylučovací kolony 3 vypadává pevný kyanurchlorid velikosti zrn mezi 10 a 80 μm , který se potom odstraňuje výpustním hrdlem 5.

Příklad 2

(Obr. 2)

Teplota varu promývacího rozpouštědla je nižší než teplota varu kyanurchloridu.

Ze zásobní nádrže 1 se pomocí čerpadla 2 potrubím 111 a tryskou 4 rozstříkuje do vylučovací kolony 3 kapalný kyanurchlorid teploty 150 °C v množství 2,5 kg/h. Zároveň se

v místě 9 uvádí 36 m³/h dusíku teplého 20 °C.

Dusík obsahující kyanurchlorid, který vystupuje z vylučovací kolony 3 s teplotou 50 °C odtažovací trubkou 6, jejíž stěny jsou postříkovány z vedení 113 m-chlorbenzotrifluoridem, se v promývací koloně 7 protiproudě ochlazuje v množství 100 kg/h m-chlorbenzotrifluoridu, zároveň se vymývá kyanurchlorid a dusík se vrací znovu v místě 9 do vylučovací kolony 3 pomocí dmychadla 8 a vedení 112. m-Chlorbenzotrifluorid se v chladiči 12 ochladí natolik, aby bylo možno cirkulační plyn vracet s teplotou 20 °C zpět do vylučovací kolony 3.

Z oběhu rozpouštědla 7 — 11 — 12 — 14 se odčerpává za hodinu 10,3 kg 3% roztoku kyanurchloridu v m-chlorbenzotrifluoridu pomocí čerpadla 11 vedením 116 přes výměník tepla 13 do destilační kolony 14, kde se provádí destilační dělení na čistý kapalný kyanurchlorid a čistý m-chlorbenzotrifluorid.

Kapalný kyanurchlorid odpadající od paty destilační kolony 14 se pomocí čerpadla 18 vedením 116 čerpá do zásobní nádrže. m-Chlorbenzotrifluorid zbavený kyanurchloridu se z hlavy destilační kolony 14 recykluje přes kondenzátor 15 a záchytnou nádobu 16 pomocí čerpadla 17 vedením 119, dále přes chladič 12 a potrubím 114 do hlavy promývací kolony 7.

Aby se u paty destilační kolony 14 odebíral kvantitativně obohacený kyanurchlorid, odvětvuje se část proudu kondensovaného rozpouštědla pomocí čerpadla 17 potrubím 117 jako zpětný tok do hlavy destilační kolony 14.

Na dno vylučovací kolony 3 vypadává pevný kyanurchlorid velikosti zrn v rozmezí 10 až 80 μm , který se pak odstraňuje výpustním hrdlem 5.

Žádné ztráty kyanurchloridu nebyly zjištěny.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob výroby jemnozrnného pevného kyanurchloridu, vyznačený tím, že se kapalný kyanurchlorid vstříkuje do proudu inertního plynu teplého v rozmezí 0 až 100 °C za vylučování pevné jemnozrnné kyanurchloridové fáze a plynné fáze, plynná fáze se promývá inertní kapalinou, přičemž jako inertní kapalina může sloužit toluen, xylen, 1,2,4-trichlorbenzen, tetrachlorbutadien, dodecylbenzen, m-chlortrifluortoluen, hexafluorxylen, trichlortrifluorethan, trifluorpentachlorpropan, perfluoroktan nebo směs uvedených sloučenin, znovu se vede k rozstříkování kapalného kyanurchloridu, přičemž kyanurchlorid z promývací kapaliny se získává rektifikací a vede se zpět k rozstříkování a promývací kapalina se vede zpět k promývání plynné fáze.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že se jako inertního plynu používá dusík.

3. Způsob podle bodů 1 a 2, vyznačený tím, že teplota inertního plynu je výhodně v rozmezí 20 až 80 °C.

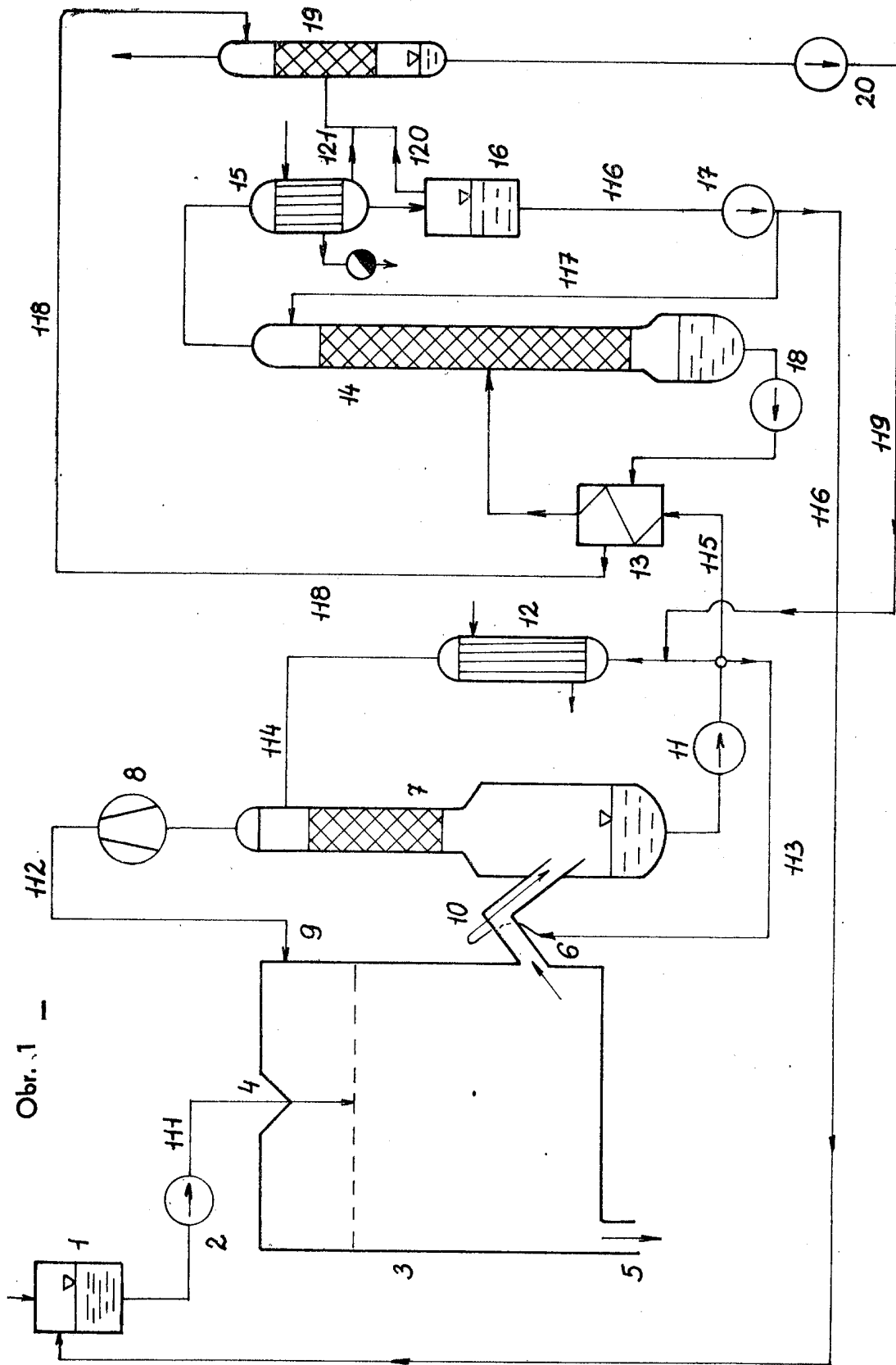
4. Způsob podle bodů 1 až 3, vyznačený tím, že se jako promývací kapalina používá m-chlortrifluortoluen, hexafluorxylen, dodecylbenzen a toluen.

5. Zařízení k provádění způsobu podle bodu 1, vyznačené tím, že sestává z vylučovací kolony (3) s tryskou (4) pro kapalný kyanurchlorid a s výpustním hrdlem (5) pro pevný kyanurchlorid, ke které je připojena promývací kolona (7) k odstraňování strženého kyanurchloridu z inertního plynu, která je spojena s dmychadlem (8) a vedením (112) inertního plynu s vylučovací kolonou

(3) a rovněž s chladičem (12) pro zpětné vedení promývací kapaliny do promývací kolony (7), přičemž promývací kolona (7) je spojena též s rektifikačním systémem pro získávání rozpuštěného kyanurchloridu z části proudu promývací kapaliny, který sestává z výměníku tepla (13), který je spojen s destilační kolonou (14) k odpaření rozpuštěného kyanurchloridu v případě, že promývací kapalina má vyšší teplotu varu než kyanurchlorid, která je spojena s kondenzátorem (15) pro získání kapalného kyanurchloridu, propojeným se záchytnou nádobou (16), odkud je kapalný kyanurchlo-

rid veden přes vedení (116) a čerpadlo (17) do zásobní nádrže (1), popřípadě se rektifikační systém skládá z destilační kolony (14) k odpaření promývací kapaliny, která má teplotu varu nižší, než je teplota varu kyanurchloridu, přičemž kondenzátor (15) a záchytná nádoba (16) slouží pro získání promývací kapaliny, která je vracena přes čerpadlo (17) a vedení (119) do chladiče (12) a z topení (21) pro udržování kyanurchloridu v destilační koloně (14) v kapalném stavu, jakož i z čerpadla (18) a vedení (116) ke zpětnému vedení kapalného kyanurchloridu do zásobní nádrže (1).

2 listy výkresů



Obr. 2

