

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

243595
(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴
C 01 B 21/14

(22) Prihlášené 23 03 85
(21) (PV 2084-85)

(40) Zverejnené 17 09 85

(45) Vydané 15 11 87

(75)

Autor vynálezu

LETZ ŠTEFAN ing.; ILAVSKÝ VLADIMÍR ing.; PETRŮ KAMIL ing. CSc.;
BLAHO MILAN ing., ŽILINA

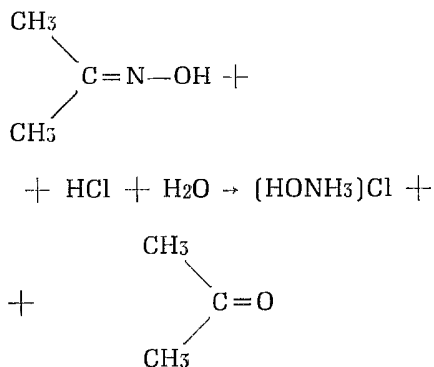
(54) Spôsob výroby chloridu hydroxylamonného

1

2

Vynález sa týká spôsobu hydrolýzy acetónoxímu za varu. Rieši výrazné zhospodárnenie procesu a odstraňuje znečisťovanie odpadovej vody. Pri hydrolýze vznikajúce pary sa vedú do rektifikačnej kolóny s takým teplotným režimom, ktorý umožňuje napred vydestilovať vznikajúci acetón a potom skoncentrovať vzniknutý roztok chloridu hydroxylamónneho. Acetón a voda sa zhromažďujú osobitne, takže obe látky možno opätovne zužitkovať vo výrobnom postupe.

Vynález sa týka výroby chloridu hydroxylamónneho hydrolýzou acetónoxímu v prostredí kyseliny chlorovodíkovej za varu:



Rieši zhospodárnenie výroby a odstraňuje znečisťovanie odpadovej vody, vznikajúcej pri výrobe.

Pri doterajšom spôsobe výroby sa postupuje tak, že vsádzka acetónoxímu, koncentrovanej kyseliny chlórrovodíkovej a vody sa uvedie do varu. Vznikajú pary, ktoré sú zmesou vody, strhnutého acetónoxímu a vznikajúceho acetónu. Vedú sa do chladiča, kde totálne kondenzujú na destilát. Destilát sa rozdeľuje na dve frakcie.

Prvá frakcia sa destiluje za atmosférického tlaku dovtedy, kým jej hmotnosť nedosiahne 30 % hmotnosti vsádzky. Používa sa na výrobu acetónoxímu.

Druhá frakcia sa destiluje za zníženého tlaku dovtedy, kým reakčný roztok nie je dostatočne skoncentrovaný pre izoláciu vzniknutého chloridu hydroxylamónneho. Obsahuje približne 5% hmotnosti acetónu a približne 5% hmotnosti acetónoxímu. Pre veľký obsah vody nie je možné druhú frakciu použiť na výrobu acetónoxímu a pre obsah acetónu nie je ju možné použiť ani na hydrolýzu acetónoxímu. Preto tvorí odpadovú vodu a kanalizuje sa. Kanalizáciou sa stráca približne desatina vsadeného acetónoxímu a približne polovina vzniknutého acetónu. Obidve tieto látky odpadovú vodu silne znečisťujú a preto ju treba pred vypustením do verejných tokov nákladne čistiť. Pretože už od počiatku destilácie ubúda v reakčnom roztoku vody, musí jej vsádzka obsahovať veľký prebytok. Vydestilovávanie prebytku vody pri skoncentrovávaní reakčného roztoku je zdĺhavé a nákladné.

Zo získaného skoncentrovaného reakčného roztoku sa potom izoluje chlorid hydroxylamónny kryštalizáciou a vysolením.

Vyššie uvedené nedostatky sa odstraňujú spôsobom podľa vynálezu, pri ktorom sa postupuje tak, že vznikajúce pary sa vedú do rektifikačnej kolóny, na hlave ktorej sa spätným tokom udržiava teplota v rozsahu 55 až 65 °C, s výhodou teplota varu acetónu, dovtedy, kým vzniká destilát. Spätný tok sa môže vytvárať niektorým známym spôsobom, napríklad refluxnou klapkou alebo deflegmátorom s regulovaným chladením. Des-

tilát obsahuje všetok vzniknutý acetón v koncentrovanej forme a môže sa známym spôsobom použiť na výrobu acetónoxímu.

V destilácii sa ďalej pokračuje buď za atmosférického, alebo za zníženého tlaku. Teplota na hlave kolóny sa spätným tokom postupne upraví na teplotu, odpovedajúcu bodu varu vody pri použitom tlaku a z reakčného roztoku sa vydestiluje toľko vody, koľko je treba k jeho skoncentrovaniu pre izoláciu vzniknutého chloridu hydroxylamónneho. Vydestilovaná voda neobsahuje acetón a môže sa známym spôsobom použiť na hydrolýzu acetónoxímu. Izolácia chloridu hydroxylamónneho zo skoncentrovaného reakčného roztoku sa môže uskutočniť niektorým známym spôsobom, napríklad kryštalizáciou.

Spôsobom podľa vynálezu je parami strhávaný acetónoxím vrátený spätným tokom do reakčného roztoku, kde zhydrolyzuje a tým sa kvantitatívne využije. Všetok vzniknutý acetón sa získa v koncentrovanej forme, takže sa dá kvantitatívne zužitkovať. Pretože spätným tokom je do reakčného roztoku vrátená voda, nemusí sa vo vsádzke použiť jej prebytok. Týmto účinkami sa dosiahnu vyššie výťažky chloridu hydroxylamónneho a jeho výroba sa výrazne z hospodárni. Zároveň sa odstráni znečisťovanie odpadovej vody, takže ju netreba pred vypustením do verejných tokov nákladne čistiť.

Pr í k l a d

Pri prvom pokuse sa do banky vsadí 200 gramov acetónoxímu, 268 g 37% kyseliny chlórrovodíkovej a 343 g destilovanej vody. Na banku sa nasadí destilačný chladič a vsádzka sa uvedie do varu. Vznikajúce pary sa kondenzujú v chladiči. Destilát sa delí na dve frakcie: Napred sa vydestiluje 251 g prvej frakcie, ktorá obsahuje 69 g acetónu. Potom sa vydestiluje 305 g druhej frakcie, ktorá obsahuje 20 g acetónu a 19 g acetónoxímu. Získaný skoncentrovaný reakčný roztok obsahuje 105 g chloridu hydroxylamónneho.

Pri druhom pokuse sa do banky vsadia rovnaké hmotnosti acetónoxímu a kyseliny chlórrovodíkovej ako pri prvom pokuse, ale len 180 g destilovanej vody. Na banku sa nasadí rektifikačná kolóna a vsádzka sa uvedie do varu. Vznikajúce pary sa vedú do rektifikačnej kolóny, na hlave ktorej sa spätným tokom udržiava teplota 56 °C. Spätný tok sa vytvára reguláciou prívodu chladiacej vody do deflegmátora. Keď prestane vznikať destilát, teplota na hlave kolóny sa spätným tokom postupne zvýši na 99 °C. Vtedy je vydestilovaných 239 g destilátoru, ktorý obsahuje 150 g acetónu. Potom sa vydestiluje 151 g vody, ktorá sa od dosiahnutia teploty 99 °C na hlave kolóny

zhromažďuje osobitne od dovtedajšieho destilátu. Skúška na obsah acetónu i acetónoxímu vo vydestilovanej vode je negatívna.

Získaný skoncentrovaný roztok obsahuje 125 g chloridu hydroxylamónneho.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob výroby chloridu hydroxylamónneho hydrolýzou acetónoxímu v prostredí kyseliny chlór vodíkovej za varu, vyznačený tým, že vznikajúce pary sa vedú do rektifikačnej kolóny, na hlave ktorej sa spätným tokom udržiava teplota v rozsahu 55 až 65 °C, s výhodou teplota varu acetónu, dovtedy, kým vzniká destilát, a potom sa teplota na hlave kolóny upraví na teplotu varu vody,

odpovedajúcu pracovnému tlaku a z reakčného roztoku sa vydestiluje za atmosférického alebo zníženého tlaku toľko vody, koľko je treba k jeho skoncentrovaniu pre izoláciu vzniknutého chloridu hydroxylamónneho, pričom vydestilovávaná voda sa od okamžiku dosiahnutia teploty varu vody zhromažďuje osobitne.