



PATENTNI SPIS BR. 2135.

Société des Produits Azotés, Pariz.

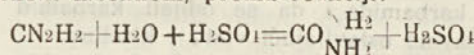
Postupak za odvajanje karbamida iz rastvora, koji sadrži vodu, jednu kiselinu, karbamid i eventualno derivate, karbamida.

Prijava od 27. novembra 1922.

Važi od 1. avgusta 1923.

Pravo prvenstva od 29. novembra 1921. (Francuska).

Polazeći od kalcijum cijanamida dobija se karbamid industrijalno, da se kreč zameni reaktivom reakcijom na taj način, da se oslobodi cijanamid CN_2H_2 , koji se onda preradjuje vodenastom sastavinom, općenito sumpornom kiselinom, prema reakciji:



Ovako dobiveni rastvori karbamida jesu kiseli i razrijeđeni. Do sada, ako se htjelo odijeliti karbamid, trebala se neutralisirati kiselina bazom, zamenivši je spojem nerastvornog sulfata ostatak sulfata filtrirati, oprati ga i rastvor koncentrisati do mogućnosti kristalizacije.

Ovaj postupak dovodi sobom gubitak kiseline i baze, koje za služe neutralizaciju, zahtjeva filtraciju i pranje.

Prema predloženom izumu izvedenom po M. Cochet u, odlučuje se karbamid naprotiv upotrebljujući postupak po kome se uzimaju samo čista fizička sredstva i koji ne traži u tom slučaju nikakovu potrošnju reagensia.

Postupak, koji čini predmet ovoga izuma koristi se u ovoj izvedbi slijedećim primjedbama.

Rastopina od tri sastavine (na primjer: karbamid, voda, sumporna kiselina) može biti u ravnoteži u dvije faze sa jednom samom od svojih sastavina u čvrstoj fazi u svim temperaturama i pritiscima ujedinjena postojanjem druge faze. To proizlazi upotrebom pravila o fazama W. Gibbs'a (sistem sa tri varijante). U izvesnim uvjetima i u ovdje odabranom primjeru, može čvrsta faza biti kar-

bamid, dok je tekuća faza sastavljena od sve tri sastavine. Podvrgavajući rastopine ovim uvjetima može se lako uočiti odjeljivanje karbamida.

Zahtijevajuće društvo je postavilo diogram ravnoteže različitih slijedećih sistema: sistem dvaju varijanta: voda — karbamid

„ „ „ sump. kiselina, — karbamid
„ triju „ voda - sumporna kiselina - karbamid.

Zaključak ovih proučavanja doveo je da se tako odrede uvjeti, u kojima se može odijeliti karbamid.

Kiseli i razrijeđeni rastvori karbamida, dobiveni polazeći od cijanamida i zadržavajući količinu azota od priike 100 gr. na litar, ohlade se na sniženu temperaturu oko $0^\circ C$ (na pr. $10^\circ - 15^\circ$) — U ovim uvjetima počinje rastvor ostavljati led, koji se odjeljuje najbolje po meri ohladjivanja. Tekući dio se koncentrira u korbamid i kiselinu prema ovom odjeljivanju, te se ohladjivanje nastavlja dok se ne dodje do temperature nešto iznad one, koja odgovara odjeljenom dijelu eutektičke mješavine: voda + sumporna kiselina. U tom se momentu potpuno izvede odjeljenje leda, stvorenog za vrijeme prve faze ohladjivanja.

Ovim postupkom tako koncentrisan rastvor, koncentriše se dalje toplotom pod smanjenim pritiskom na pr. u vakuumu, do temperature od prilike $60^\circ C$, da se na taj način konačno dodje do rastvora, koji sadrži dva do tri dijela karbamida na jedan dio vode.

U toj koncentraciji ovaj rastvor ohladjen

oko 0°, odlučuje kristale karbamida koji ostaju u ravnoteži sa tečnom fazom, koja sadrži svu sumpornu kiselinu, vodu, i malo rastvoreno karbamid.

Čvrsta vaza ovog sistema i ravnoteži (kristalizisan karbimid) je mnogo znatnija od tečne faze (voda, sumporna kiselina), nastaje talog odlučujućih kristala, između kojih se posredujući nalazi tečna faza. Obe se faze odijele centrifugiranjem a karbimid se prečišćava, dok ne postane prozračan. Zatim se kristali osuše.

Lako je razumijeti koristi ovoga postupka:

Kod naprava udešenih za proizvodjanje studeni, pod dobrim uvjetima je mnogo prednostnije koncentrirati rastvor ohlađivanjem i odijeljenjem leda; odijeljenje jednog kilograma vode ovim postupkom zahtijeva od prilike samo 100 stupanja toplote za ohlađenje, dok da se odijeli ista količina vode isparavanjem, treba više od 600 kalorija.

Potrošnja rezgensa je minimalna, jer ponovno dobivena sumporna kiselina od prilike 53° B u tekućoj fazi posle centrifugiranja može se upotrebiti za hidratisanje nove količine cijanamida.

Kako je gore više rečeno odstranjena je potrošnja kreča.

Ovaj je postupak podesan da se izvede u varijanti, u slučaju ako se upotrebljuje u tvornici, kod koje se raspolaže izgubljenom toplotom. U tom se slučaju izostavi prva faza (odlaganje leda), te se rastopina dovede direktno do predviđene koncentracije jedno stavim isparavanjem u vakuumu, grijanjem, uvjeti, u kojima ostaje karbimid čvrst u prisutnosti sumporne kiseline, što je bilo povoljno određeno.

PATENTNI ZAHTEVI:

1.) Postupak za odjeljenje karbamida iz mješavine vode, sumporne kiseline i karbamida, naznačen time, što se koncentriše grijanjem i pod smanjenim pritiskom rastvor vode, kiseline i karbamida do temperature ispod 75° C do takove koncentracije koja bi mogla odlučiti samo karbimid za vrijeme ove koncentracije, zatim što se rastvor ohladi do dosta niske temperature, da se proizvede kristalizacija karbamida i što se odjeljuje karbimid iz mješavine, ostavljajući vodu i kiselinu.

2.) Postupak za odjeljenje karbamida iz mješavine vode, kiseline i karbamida, prema zahtjevu 1.), naznačen time, što se prije koncentrisanja rastopine vode, kiseline i karbamida, rastvor ohlađuje dovoljno za stvaranje leda (ili hidrat kiseline, jako siromašan kiselinom), koji se odjeljuje od rastvora prije postupka koncentracije.

3.) Postupak za odijeljenje karbamida, iz mješavine vode, sumporne kiseline i karbamida naznačen time, što se grijanjem pod smanjenim pritiskom koncentriše rastvor vode sumporne kiseline i karbamida, do temperature niže od 60° C do takove koncentracije, koja bi mogla odlučiti samo karbimid za vrijeme ove koncentracije, zatim što se rastvor ohladi do od prilike 0° C, da se proizvede kristalizacija karbamida i da se odijeli karbimid iz mješavine ostavljajući vodu i kiselinu.

4.) Postupak za odjeljenje karbamida iz mješavine vode, sumporne kiseline i karbamida, prema zahtjevu 2.) naznačen time, što se prije nego što se koncentrira rastvor vode, sumporne kiseline i karbamida, ohlađuje ista dovoljno za stvaranje leda, koji se odjeljuje od rastvora, prije postupka koncentracije.