



PATENTNI SPIS BROJ 2893.

Société des Produits Azotés, Paris.

Postupak za odjeljenje karbamida iz rastopine, koja sadrži vodu, kiselinu, karbamid i eventualno derivate karbamida.

Dopunski patent uz osnovni patent Br. 2135.

Prijava od 15. oktobra 1923.

Važi od 1. juna 1924.

Najduže vreme trajanja do 31 jula 1938.

Pravo prvenstva od 3 novembra 1922. (Francuska.)

Glavni patenat opisuje postupak za odjeljenje karbamida od rastopine, koja sadrži vodu, kiselinu, karbamid i eventualno sastavine derivata karbamida

Produljujući proučavanje postupka, koji je predmet glavnog patenta, predložio društvo je otkrilo, da se u koncentraciji sumporastih rastopina karbamida, bilo iz predjašnjeg odjeljenja leda ohladjivanjem, bilo bez predjašnjeg odjeljenja leda, može temperatura koncentracije tjerati na 60°, ali što je jako od važnosti, da se ne predje temperatura od 75°, da se karbamid pretvara više ili manje potpuno u sulfat amonijaka Transformirana količina ovisi o koncentraciji kiseline, vremenu grijanja i o temperaturi Na primjer, za rastvor, koji sadrži 175 dijelova monohidrata H_2SO_4 u stanju kiseline od 53° B, za 1 dio dušika i za trajanje grijanje od 2 sata na temperaturi T, količina transformirane H_2SO_4 u sulfat amonijaka izraženo u procentima totalne H_2SO_4 , jest:

T	transformirana H_2SO_4
70°	0,65%
75°	1,52 "
80°	4,81 "
85°	10,88 "
90°	17,10 "
95°	21,00 "
100°	100,00 "

Koncentracija karbamida može osim toga

biti potisnuta mnogo više dalje od one gore spomenute. Tako je bilo moguće upotrebom predložene postupka dobiti rastopine sadržeći:

karbamida	81,8%
vode	6,1 "
kiseline	12,11 "

koje daju bolji iznos kristaliziranog karbamida.

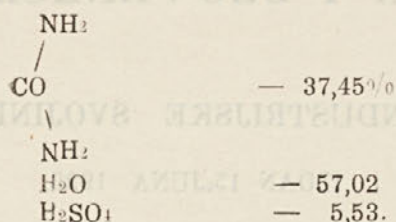
Postupak se može upotrebiti, kako je bilo rečeno u glavnom patentu, bilo bez predjašnjeg odjeljenja leda t. j. direktnom koncentracijom toplinom, u stanjima, u kojima je karbamid stalan u sredini kiseline, — bilo predjašnjim odjeljenjem leda ili hidrata kiseline ohladjivanjem

U slučaju odjeljenja karbamida bez predjašnjeg izlučenja vode u obliku leda postupak se može izvesti, na primen, kako slijedi:

a). Slučaj upotrebe bez predjašnjeg odjeljenja leda

U predočenju ovoga slučaja upotrebe treba upotrebiti trokutasto predočenje (istostraničan trokut E, U. S.) navedenog na slici priključene crtarije.

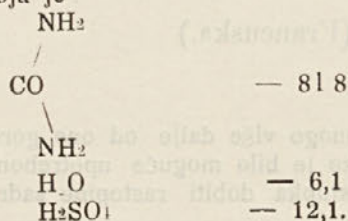
Rastopina cijanamida iz hidratacije i transformacije u karbamid predočena je na primjer crtom a u trokutu E. U. S., koji odgovara postotnoj slijedećoj sastavini:



Ova se crta nalazi u trokutu, u odgovarajućem predjelu nezasićenih rastopina od 20°.

Isparava se pod sniženim pritiskom bez prekoračivanja temperature od 75°. Prednostno je voditi vakuum, tako daleko, koliko je samo moguće, da se na taj način dobije niska tačka vrenja.

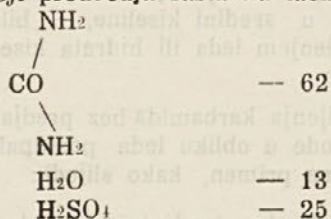
Odnosaj H_2SO_4 ne mijenja se u toku isparavanja i sastavine tekućine slijedi na diagramu put s q . Crta a , koja se nalazi na izotermi kod 70°, što je mesto zasićenih rastopina, počinaju se taložiti kristali, polazeći od ovog časa do onoga, kada prestaje isparavanje, t. j. kada je dostigla 75°. U tom trenutku faza tekućine predočuje sastavinu tačke q koja je



Količina kristala karbamida staloženog od a do q predočuje 20% cijelog postojećeg karbamida u rastopini od početka isparavanja.

Rastopina ohladjenja na primjer na 11° daje već znatnu naslagu kristala. U toku ohladjavanja, sastavina se mijenja slijedeći desnu stranu q — kiselina 53°.

Kod d se susreće izoterma 11°. Mogu se onda odijeliti kristali od osnovne kisele lužine, koji predočuju sastavnu tačku d , koja je:



Količina staloženog karbamida u toku ovog ohladjenja je jednako do 63 64% cjelokupnog karbamida postojećeg u sistemu prije isparavanja.

b). Slučaj upotrebe za predjašnjim odeljenjem leda

U slučaju odjeljenja karbamida sa predjašnjim izlučenjem vode u obliku leda može se postupak izvesti, na primjer, kako slijedi:

Ovo se odjeljenje vrši, prednostno sumpo-

rastim rastopinama karbamida siromašnim s H_2O .

Električna mješavina odgovara koncentraciji od 34% karbamida. Iznad ove sadržine stalože rastopine karbamid; povrhu nje se staloži led. Temperatura taloga eutektične mješavine je zatvorena između 10°C i 15°C.

Rastopina karbamida dobivenog polazeći od cijanamida i kojih je koncentracija niža od 35% karbamida mogu se koncentrisati ovim postupkom.

Dok termerne mješavine imaju dovoljnu koncentraciju H_2O , na primjer 10 do 20% od H_2SO_4 , odgovarajući za 1 kgr. do 1,7 kgr. od Mh H_2SO_4 za 1 kgr. dušika, čvrsto tijelo koje se taloži usljed ohladjenja rastopine nije sastavljeno od čistoga leda, nego od hidrata H_2SO_4 vrlo siromašnog na monohidratu sadržeće 2,65% H_2SO_4 i 97,35% vode. Ono se može odijeliti centrifugacijom kako je to bilo rečeno za led. Faza tekućine se zatim obogati karbamidom.

U jednom i drugom slučaju, sa ili bez odjeljivanja predjašnje vode smrzavanjem, osnovne lužine, odijeljene centrifugacijom, kako je rečeno gore više, upotrebljene su u hidraciji novih količina cijanamida. Karbamid se očisti izbistravanjem.

Ako se vodi računa o tome da se jednim dijelom osnovne lužine iz gore opisanog postupka može hidrirati količina cijanamidove lužine, koja ovom hidracijom daje količinu karbamida dvostruki od one, dobivene osnovnom lužinom, vidi se kako takav ciklus dozvoljava u stanju kristaliziranog karbamida odijeliti cijanamidovom lužinom cjelokupni karbamid.

Proučavanja su još pokazala, da je iznos kristaliziranog karbamida bio za toliko veći, što je količina kiseline s obzirom na karbamid bila slabija i što je koncentracija rastopina bila dulje ostavljena.

Tako rastopine, koje sadrže 0,3 dijela do 0,5 dijela H_2SO_4 za 1 dio dušika i dotle koncentrisane, dok kiselina dostigne koncentraciju kiseline od 53° Be, daju vrlo dobar industrijalan produkt kristaliziranog karbamida.

PATENTNI ZAHTEVI:

1) Postupak za odjeljenje karbamida iz mješavine vode, kiseline i karbamida naznačen time, što se rastopina vode, kiselina i karbamida koncentriše toplotom i pod sniženim pritiskom uz temperaturu nižu od 75°C do takove koncentracije, koja može staložiti samo karbamid za vreme ove koncentracije a rastopina se zatim ohladi do dosta niske temperature, da se proizvede kristalizacija karbamida, koja se odijeli od mješavine, ostaviv vodu i kiselinu.

2) Postupak za odjeljenje karbamida iz mješavine vode, kiseline i karbamida, prema zahtijevu 1), naznačen time, što se prije koncentrisanja rastopine vode, kiseline i karbamida ohladi rastopina dovoljno za stvaranje leda (ili hidrata kiseline vrlo siromašnog kiselinom), koji se odijeli od rastopine prije nego što se pristupi koncentraciji.

3) Postupak za odjeljenje karbamida iz mješavine vode, sumporne kiseline i karbamida naznačen time što se rastopina vode, sumporne kiseline i karbamida koncentriše toplinom pod sniženim pritiskom, do temperature niže od 75°C do koncentracije, koja može staložiti samo karbamid za vrijeme ove koncentracije, a rastopina se ohladi zatim do po prilici 0°C , da se proizvede kristalizacija karbamida koja se napokon odijeli iz preostale mješavine vode i kiseline.

4) Postupak za odjeljenje karbamida iz mješavine vode, sumporne kiseline i karbamida sadržeće 10 do 20% sumporne kiseline,

naznačen time, što se rastopina vode, sumporne kiseline i karbamida ohladi do temperature, dovoljne za tvorbu hidrata sumporne kiseline jako siromašne monohidratom koji se odjeljuje od rastopine, zatim što se toplinom niske temperature koncentriše preostala rastopina vode sumporne kiseline i karbamida do temperature niže od 75°C do koncentracije, koja može staložiti samo karbamid za vrijeme ove koncentracije, a rastopina se zatim ohladi do po prilici 0°C , da se proizvede kristalizacija karbamida koja se konačno odijeli od preostale mješavine vode i kiseline.

5) Postupak za izlučenje karbamida iz mješavine od karbamida sa vodom i sumporne kiseline u smislu zahtijeva 1.) i 2), naznačen time, što se iskorišćuju matične lužine za preradbu svježe množine cianamidove lužine, usljed čega se čitavi—u matičnim lužinama nazočni—karmamid izluči u kristaliziranim stanju

