



PATENTNI SPIS ŠT. 4295.

Dr. Victor Ehrlich, Dr. Aladar Doboczky in Tvorница za dušik
d. d., Ruše, Slovenija.

Postopek za izdelovanje karbamida iz apnoduška.

Prijava z dne 12. avgusta 1925.

Velja od 1. junija 1926.

Pri izdelovanju karbamida iz apnoduška treba po znanih delovnih načinih razlikovati tri ločene faze procesa:

a) Izdelovanje cyanamidove raztopine.

To se vrši tehnično z obdelavo apnoduška v vodnatem glenu po ogljikovo kiselino vsebujočih plinih, pri čemur prestane v glenu celokupno apno apnoduška kot kalcijev karbonat poleg drugih netopkih onečistlin.

b) Presnova cyanamida v vodnati raztopini v karbamid pri primestitvi vode. Ta reakcija se izvrši v navzočnosti katalizatorjev. Kot taki so se prej uporabljale večinoma trdne snovi, v novejši dobi služijo kot katalizatorji raznovrstne kisline v različni koncentraciji.

c) Izparjenje več ali manj razredčene karbamidove raztopine v svrhu pridobivanja trdnega karbamida.

Za obdelavo ogljikovo kiselino se uporabljajo prednostno kar najbolj visoko koncentrirani plini, ki morajo biti poceni na razpolago. V cyanamidovo raztopino ne more preiti dušik, vsebovan v apnodušku, ker vsebuje, kakor znano, apnodušik samo 90—95%-ov dušika kot cyanamid. Ostanek je v vodi netopek. Pa tudi razsebitev glena od lužnice, t. j. od topkega dušika, ne more biti tehnično čisto popolna, tako da preostane pri razsebitvi v glenu en del, če tudi majhen topkega dušika.

Pri presnovi cyanamidove raztopine v navzočnosti kislin se dela po znanih postopkih z žvepleno kislino pri temperaturah, ki leži med 70—120° C. Pri tem se moraju pridodati razmeroma velike množine kislin, ki odgo-

varajo v najugodnejšem slučaju 10%-om množine ekvivalentne karbamidu, večinoma pa so večje. Akose hoče delati z nizko koncentracijo, potem se presnovi dosedaj znanih postopkih pod tlakom. Ti postopki zahtevajo torej bodisi porabo kislin, prihajajoče v poštev za produkcijske stroške, ali pa drago aparativno uredbo.

Končno tudi izparjenje ni zelo enostavna stvar, to pa zato, ker karbamidna raztopina napada posodni material, vsled česar se tu ne morejo uporabljati običajne železne aparature, potem pa tudi vsled tega, ker nastopajo pri izparjenju pod običajnim tlakom znatne izgube vsled razkrojenja karbamida deloma ob tvorbi amonsoli, deloma ob odkolu plinastega amoniaka. Tvorba amonsoli je naravno tim večja, čim višja je uporabljena kislinska koncentracija. Večkrat se vsled tega predlaga izparjenje v vakuumu, vsled česar zopet nastane oodraženje aparature.

Prijavitelci so zdaj dosegli s svojimi deli na deli na tem polju bistvene tehnične napredke v izdelovanju karbamida. Z njihovimi poskusi je bilo ugotovljeno, da se more doseči pod gotovimi pogoji popolno presnovo cyanamida v karbamid tudi pri zelo nizkih kislinskih koncentracijah in pri običajnem tlaku, kar se je dosedaj zdelo še nemogoče. Ako se namreč dela pri temperaturah, ki leži pod 100°C, najboljše med 50 in 70°, tedaj se lahko doseže pri običajnem tlaku s kislinskimi koncentracijami, ki jim ni treba prekoračiti 3% teoretične množine, popolno presnovo v karbamid. Ta presnova zahteva potem 24—48

ur, vendar se igra to nobene v poštev priha-joče vloge, vsled niske cene potrebnih naprav.

Nadalje so prijavitelci tako izobličili postopek, da se zgodi ta presnova, vršča se pri 50–70°, med istočasnim vedenjem ne-oksidirajočih plinov, vsled česar se more doseči vnotraj časa presnove popolno izparjene raztopine. Ako so za ta delovni postopek na razpolago topli plini, potem odpade samo posebi umevno zunanji dovod toplote. To ima s stabilizacijo reakcije ta ugodni učinek, da je izjednačeno proli koncu presnove vsled tvorbe amonsoli sicer nastopajoče in moteče zmanjšanje kislinske koncentracije; to ima za posledico skrajšanje reakcijskega trajanja. Delovni način ima nadalje to veliko prednost, da se izvrši izparjenje istočasno in v isti aparaturi kakor presnova, da se nadalje izvrši presnova popolnoma brez izgub in brez razvijanja amonijaka in z zelo maledkostno tvorbo amonsoli v iznosu 1–2% množine dušika. Potem se dobi pri ohlajenju raztopine neposredno trden karbamid.

Izobličenje potrebne aparature se more izvršiti na različne načine, samo treba je svrhi primerno skrbeti za to, da so dolikalne površine med raztopino in plini čim večje; tako se more dovesti raztopina plinom nasproti tudi v fino porazdeljenem stanju. Po drugi strani pa se dajo plini v krožnem procesu seveda večkrat ukoristiti.

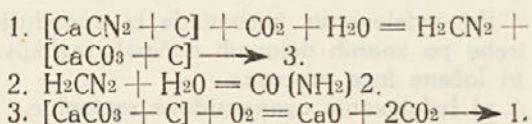
Nadaljna prednost leži v tem da se more izdelati surovi karbamid v nasprotju s produkti znanih postopkov zelo čist in praktično prost amonijaka. Gorka, visoko koncentrirana karbamidova raztopina se namreč more s filtracijo razsebiti od onečistčin (kalcijskih soli), ki so se pri izparjenju še izoborile. Kristalna kaša, ki nastaja po ohlajenju, se da potem razsebiti na pr. s centrifugiranjem v čiste karbamidove kristale in v karbamidovo lužomatico, pri čemur se pridobiva 60–70% dušika kot trden karbamid, ostanek kot lužomatica, kakoršno je pač izparjenje. Ako se nato lužomatica vvede nazaj v proces, na pr. kot nasedna voda pri karbonatiziranju apnodušika ali pa tudi v kateri poznejši fazi procesa potem se da pridobivati v trajnem obratu ipak celokupni dušik kot trden, čist karbamid.

Kakor je bilo uvodoma omenjeno, preostane v apnodušikovem glenu en del v apno dušiku vsebovanega dušika v večjem delu v netopki, v manjšem delu v topki obliki. Nadaljni bistven razvoj postopka obstoji v tem, da se prevedejo vlažni apnodušikovi gleni po prejšnjem postopku prijavitelcev z obdelavo z vodno paro in temu sledečima žganjem s kisik-vsebujočimi plini v žgano apno. Pri tem ne odide v odpline samo ogljikova kislina iz kalcijskega karbonata glena in iz apnodušikovega ogljika, ampak tudi

velik del v glenu vsebovanega dušika v obliki amonijaka. Vsled te poslednje okolnosti je mogoče v nasprotju z običajnim izluženjem hasnovito zvišati splen dišika z ozirom na apnodušik. Razvijajoči se plini se potem uporabijo za karbamidovo reakcijo po zgoraj omenjenem načinu.

Pri tem se more postopati ali na ta način da so pline poprej ohladi in pri tem dovede do izločenja majhne množin amonijaka kot amonikarbonat ali v obliki katere druge soli, in da se potem uporabijo ohlajeni, ogljikovo kislino vsebujoči plini za karbonatiziranje. Lahko pa se dela tudi tako, da se vodijo vroči, ogljikovo kislino vsebujoči plini naprej v aparaturu za presnovo cyanamidov karbamid. Tu delujejo na zgoraj opisani način. Amonijak, vsebovan v plinih, se vzprejme od kisline presnovne raztopin. Plini, ki so pri tem že močno ohlajeni, gredo potem po vmešanem hlajenju v karbonatizacijo apnodušika.

Celokupni proces se lahko predoči shematično na naslednji način.



Po predležem postopku se torej pridobi kot postranski produkt žgano apno, razven tega majhne množine amonsoli, vsled česar se izboljša izraba dušika, vsebovanega v apnodušiku. Aparativna prednost postopka leži v tem, da se je neodvisen od drugih virov ogljikove kisline, nadalje, da se v zelo enostavni aparaturi, brez tlaka, brez vakuumu, prevede presnova in izparjenje v trdni karbamid v enem procesu, dalje, da se prihranijo troški izparjenja, t. j. poseben toplinski vir. Ob enem je poraba kot katalizator delujoče žveplene kisline čisto malenkostna. Ta poslednja okolnost ima še to prednost, da je tvorba amonsoli, ki se sicer pojavlja pri tvorjenju karbamida, malenkostna, in da ostane splen, če ne upoštevamo mehaničnih izgub, teoretičen

Patentni zahtevi.

1. Postopek za izdelavo karbamida iz apnodušika, označen s tem, da se presnovna reakcija, vršča se spod vrelni temperature in pri običajnem tlaku, izvrši pri istočasnem vnavanju ne-oksidirajočih plinov.

2. Postopek po zahtevu 1. označen s tem da služijo plini, vnavani pri reakciji, vsled svoje lastne toplotovsebnosti kot plinski vir.

3. Postopek za izdelavo karbamida iz apnodušika, označen s tem, da se pridobivajo plini, ki se imajo uporabiti po zahtevih 1 in 2, s pomočjo razvoja pripadajočega apnodu-

