



Patent dodatkowy
do patentu

Zgłoszono: 23.X.1962 (P 99 906)

Pierwszeństwo:

Opublikowano: 20.III.1965

Kl. 12 o, 17/03

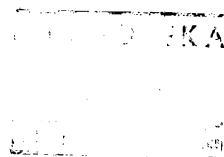
MKP CO 7c

UKD

CO 7c
12/8/10.

Twórca wynalazku
i
właściciel patentu:

Stamicarbon N. V. Heerlen (Holandia)



Sposób ciągly prowadzenia próżniowej krystalizacji mocznika

1

Wynalazek dotyczy sposobu wydzielania czystego mocznika w postaci krystalicznej z jego wodnych roztworów zanieczyszczonych biuretem.

We francuskim opisie patentowym nr 1.127.788 podana jest metoda krystalizacji mocznika z jego roztworów zawierających biuret, zgodnie z którą parę wodną w ilości równej ilości wody wprowadzonej przez świeży dostarczany roztwór, usuwa się w sposób ciągły z odparowującego roztworu mocznika z równoczesnym usuwaniem kryształów mocznika lub też nienasycony roztwór mocznika ochładza się poniżej punktu nasycenia; w obu przypadkach należy zwrócić uwagę na to, aby zawartość biuretu w roztworze odparowującym lub chłodzonym nie przekraczała następujących wartości:

% wagowy biuretu	gdy temperatura roztworu wynosi
32	90°C
29	80°C
25	70°C
20	60°C
14	50°C
10	40°C
7	30°C
5	20°C

oraz aby w temperaturach pośrednich zawartość biuretu nie przekraczała odpowiednich dla tej temperatury stężeń biuretu.

2

Okazało się, że te wartości zawartości biuretu są za duże. Nie można wyodrębnić czystych kryształów mocznika przy zawartościach biuretu, podanych w powyższej tablicy, ponieważ stale krystalizuje wraz z mocznikiem mała ilość podwójnej soli (2 mole mocznika i 1 mol biuretu).

Stwierdzono, że prawie zupełnie czyste kryształy mocznika można otrzymać, jeżeli zawartość biuretu nie jest większa od następujących ilości biuretu w odpowiednich temperaturach:

% wagowy biuretu	gdy temperatura roztworu wynosi
21	90°C
17	80°C
14	70°C
12	60°C
9	50°C
8	40°C
6	30°C
4	20°C

Aby utrzymać zawartość biuretu w roztworze poniżej tej granicy, zawieszinę kryształów mocznika w ługu macierzystym wprowadza się do obiegu na zewnątrz krystalizatora i kryształy mocznika oddziela się, np. przez filtrowanie. Następnie przed zawróceniem roztworu wolnego od kryształów mocznika (ługu macierzysty) do krystalizatora w celu połączenia go z główną masą cieczy krystalizuje

jacej, należy go okresowo lub w sposób ciągły uwolnić od części rozpuszczonego biuretu, aby na jego miejsce móc wprowadzić biuret, który jest stale wprowadzany ze świeżo dostarczonym surowym roztworem mocznika, zawierającym biuret. Jak wiadomo, można tego dokonać np. przez krystalizowanie biuretu w drugim krystalizatorze najpierw przez rozcieńczenie ługu macierzystego, a następnie przez jego chłodzenie. W tych warunkach część rozpuszczonego biuretu krystalizuje z utworzeniem zawiesiny, z której łatwo krysztale mocznika można usunąć. W celu wytworzenia najkorzystniejszych warunków krystalizacji biuretu zwiększa się maksymalnie stężenie biuretu w ługu macierzystym przed rozcieńczeniem i chłodzeniem roztworu.

Zgodnie z wynalazkiem krystalizację mocznika prowadzi się w procesie ciągłym obiegowym. W tym celu zawierający biuret roztwór mocznika wprowadza się do krystalizatora w sposób ciągły, poddaje mocznik krystalizacji w temperaturze co najmniej 90°C, pod ciśnieniem poniżej 160 mm Hg, w sposób ciągły usuwa z krystalizatora utworzoną zawiesinę wykrysztalizowanego mocznika, oddziela krystaliczny mocznik z części pozostałego ługu macierzystego, zawierającego 15–25% wagowych biuretu usuwa biuret w ilości zasadniczo równej ilości biuretu wprowadzanego ze świeżym roztworem mocznika, a uwolniony częściowo od biuretu ług macierzysty zwraca z powrotem do krystalizatora.

Przykład: Do krystalizatora mocznika, pracującego w próżni, w którym temperaturę roztworu krystalizującego utrzymuje się na poziomie 110°C przy ciśnieniu 80 mm Hg wprowadza się na minutę 110 kg roztworu mocznika, zawierającego 100 kg mocznika, 0,9 kg biuretu i 8,8 kg wody, a z krystalizatora usuwa się 100 kg kryształów mocznika zawieszonych w 313,5 kg ługu macierzystego. Kryształy mocznika wydziela się z ługu macierzystego i płucze świeżym roztworem mocznika, który następnie wprowadza się do krystalizatora, w celu usunięcia ługu macierzystego przywartego do kryształów mocznika. W wyniku tego końcowa zawartość biuretu zostaje zmniejszona.

Mocznik oddziela się przez odwirowanie. Z pozostałego ługu macierzystego oddziela się 8,8 kg tego ługu, a resztę w ilości 304,7 kg razem ze świeżo dostarczonym roztworem mocznika w ilości 110 kg (100 kg mocznika, 0,9 kg biuretu, 8,8 kg wody) stosowanym jako ciecz do przemywania zwraca się do krystalizatora, w którym prowadzi się krystalizację mocznika.

100 kg odwirowanych kryształów, z którymi pozostaje 6,7 kg bardzo stężonego roztworu mocznika, ochładza się otrzymując 106 kg mocznika o zawartości 0,05% biuretu.

Oddzielone uprzednio 8,8 kg ługu macierzystego rozcieńcza się 5,8 kg wody i ochładza do temperatury 25°C; z tego ługu macierzystego wykrysztalizowuje 0,9 kg biuretu zawierającego 0,13 kg wody (5 moli biuretu. $4H_2O$).

Z pozostałego roztworu odparowuje się wodę w ilości 3,2 kg w osobnym parowniku w temperaturze 120°C pod ciśnieniem atmosferycznym. Zateżony roztwór składający się z 6,8 kg mocznika, 0,8 kg biuretu oraz 2,8 kg wody także zwraca się do krystalizatora. Z krystalizatora usuwa się 11,4 kg wody.

W ten sposób z ługu macierzystego, zawierającego 19% wagowych biuretu usuwa się 0,9 kg biuretu, po uprzednim rozcieńczeniu roztworu 5,8 kg wody, to znaczy stosując 6,4 kg wody na kg biuretu.

Jeżeli krystalizację mocznika prowadziłoby się w znacznie niższych temperaturach, np. w temperaturze 60°C i pod ciśnieniem 70 mm Hg, wówczas również wyładowywanoby w przybliżeniu 25% wagowych zawiesiny kryształów. Po oddzieleniu wykrysztalizowanego mocznika pozostałby ług macierzysty zawierający 10% wagowych biuretu.

W celu usunięcia 0,9 kg biuretu z ługu macierzystego należałoby rozcieńczyć ług 11,9 kg wody, to znaczy 13 kg wody na 1 kg biuretu, a więc podwójną ilością w stosunku do ilości stosowanej zwykle w sposobie według wynalazku.

Ponieważ tę wodę rozcieńczającą należy później odparować, zmniejszenie ilości dodawanej wody rozcieńczającej znacznie obniża koszty procesu.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób ciągły prowadzenia próżniowej krystalizacji mocznika z roztworu mocznika, zawierającego biuret, **znamienny tym**, że roztwór mocznika zawierający biuret wprowadza się do krystalizatora w sposób ciągły, wykrysztalizowuje mocznik w temperaturze co najmniej 90°C, pod ciśnieniem poniżej 160 mm Hg, usuwając równocześnie z krystalizatora zawiesinę kryształów mocznika w roztworze macierzystym, zawierającym 15–25% wagowych biuretu, oddziela kryształy mocznika, a ług macierzysty zwraca do krystalizatora, po usunięciu z części tego ługu biuretu w ilości, zasadniczo odpowiadającej ilości biuretu wprowadzanego ze świeżym roztworem mocznika do krystalizatora.