

URZĄD PATENTOWY



CO7C 125/02

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ
OPIS PATENTOWY

Nr 14883.

Kl. 12 o 17.

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
(Frankfurt n. M., Niemcy).**Sposób wytwarzania karbaminianów i produktów ich przemiany.**

Zgłoszono 18 września 1929 r.

Udzielono 26 października 1931 r.

Pierwszeństwo: 24 października 1928 r. dla zastrz. 1—4; 24 listopada 1928 r. dla zastrz. 5 i 6 (Niemcy).

Stwierdzono, że otrzymuje się karbaminiany i podobne sole, trudno rozpuszczalne w cieplem amoniaku z soli rozpuszczalnych w cieplem amoniaku, traktując je w obecności ciepłego amoniaku bezwodnikiem węglowym lub gazami zawierającymi bezwodnik węglowy. Do przeprowadzenia reakcji mogą być użyte sole zawierające wodę, jak również sole bezwodne. Wskazane jest użycie bezwodnika węglowego lub mieszaniny gazowej zawierającej bezwodnik węglowy w nadmiarze, można również do ciepłego amoniaku dodawać nieznaczne ilości wody, np. 5%. W wielu przypadkach wystarczy, gdy pracę przeprowadza się przy zwykłej temperaturze.

Korzystnem jest odprowadzać powstające ciepło reakcji przez możliwie stałe studzenie. Zamiast lub oprócz wody dodawać można do ciepłego amoniaku również inne substancje, zwiększające rozpuszczalność soli wyjściowych. Tak np., można z korzyścią użyć roztworu azotanu amonowego w cieplem amoniaku, np. płynu według sposobu Divers'a. Zawarte karbaminiany i podobne sole można łatwo przeprowadzić w inne połączenia przez ogrzanie lub zapomocą innych odpowiednich sposobów traktowania. Tak np., można otrzymać sole kwasu węglowego przez zwykłe ogrzewanie lub przez traktowanie wodą lub parą wodną, najlepiej w cieple.

Przez dobór odpowiednich ilości wody można wytwarzać węglany lub dwuwęgla-ny. Sole kwasu węglowego mogą być przeprowadzane w odpowiednie tlenki zapomocą dalszego ogrzewania. Przez ostrożne ogrzewanie karbaminianów ziem alkalicznych do czerwonego żaru można otrzymać poza tem cyjanamidy ziem alkalicznych. Przez ogrzewanie karbaminianów alkalicznych można otrzymać w znany sposób cyjaniany, które przez dodatkowe traktowanie substancjami redukującymi, zwłaszcza tlenkiem węgla, węglem lub metalami mogą być przemienione na cyjanki. Zamiast wody można w pewnych przypadkach użyć również amonjaku, przyczem przez traktowanie w cieple wytwarza się mocznik.

Dalej okazało się, że otrzymuje się wartościowe mieszaniny soli, przeprowadzając proces według niniejszego sposobu tak, że po działaniu bezwodnika węglowego usuwa się amonjak bez poprzedniego odłączania otrzymanych karbaminianów, ewentualnie przy równoczesnej lub późniejszej przemianie karbaminianów. W ten sposób otrzymuje się mieszaniny soli, nadające się do wielostronnego użytku, np. jako środki nawozowe. Można więc tą drogą przeprowadzać amonjak i dwutlenek węgla w najróżniejszych warunkach z innymi rodnikami w cenne mieszaniny soli. Tak otrzymane mieszaniny mogą być poddane w różny sposób późniejszej obróbce, np. bezpośrednio ogrzewaniu lub z dodaniem wody albo amonjaku pod ciśnieniem i t. d. Można również przed lub po usunięciu amonjaku, zwłaszcza gdy mieszanina soli ma być użyta jako nawóz pełny lub mieszany, dodawać inne sole, np. brakujące jeszcze pożywki roślinne. Jako materiał dodatkowy korzystnie można stosować takie pożywki roślinne, które mogą przyjmować wolny amonjak, np. azotan amonowy; odnosi się to głównie do tych mieszanin so-

li, jakie otrzymuje się zapomocą wysokiego cząstkowego ciśnienia amonjaku. Środki dodatkowe działają w tym przypadku jako stabilizatory.

Przykład I. Do 200 części objętościowych ciekłego amonjaku, znajdującego się w cylindrycznem naczyniu wytrzymałem na ciśnienie, zraszam od zewnątrz wodą, wprowadza się 58 części wagowych soli kuchennej, a następnie powoli 50 części wagowych dwutlenku węgla. Po niecałej godzinie oddziela się nadmiar amonjaku, z rozpuszczonym w nim chlorkiem amonowym i karbaminianem amonowym, od wytworzonego karbaminianu sodowego zapomocą filtra szklanego, umieszczonego szczelnie nad dnem naczynia. Karbaminian sodowy może być celem oczyszczenia jeszcze płókanym czystym ciekłym amonjakiem. Wydajność karbaminianu sodowego jest prawie ilościowa.

Zamiast chlorku sodowego można użyć również, np., soli potasowych i wapniowych. Używając, np. 101 części wagowych azotanu potasowego, otrzymuje się karbaminian potasowy w wydajności teoretycznej 95%. Przy użyciu 164 części bezwodnego azotanu wapniowego i 100 części wagowych dwutlenku węgla otrzymuje się karbaminian wapniowy w wydajności prawie teoretycznej.

Przykład II. 208 części wagowych chlorku baru rozpuszcza się w 2000 częściach objętościowych cieczy, składającej się z równych prawie części wagowych azotanu amonowego i ciekłego amonjaku. Do roztworu tego wprowadza się powoli 100 części wagowych dwutlenku węgla lub 300 części wagowych gazów odlotowych z pieca wapiennego, zawierających 33% dwutlenku węgla, poczem całość pozostawia się na przeciąg godziny. Osad, oddzielony od cieczy, płóczy się czystym, ciekłym amonjakiem; przedstawia on wysokoprocentowy karbaminian barowy.

Przykład III. 101 części wagowych azotanu potasowego przetwarza się w nadciśnieniu wytrzymałym na ciśnienie, w którym znajduje się 2000 części objętościowych ciekłego amonjaku, na karbaminian potasowy, przez wtłoczenie 50 części wagowych dwutlenku węgla przy zwykłej temperaturze. Powstały karbaminian wypłukuje się ciekłym amonjakiem i przeprowadza zapomocą 18 części wagowych wody przy ogrzaniu do około 50°C na dwuwęglan potasowy. Używając do przemiany karbaminianu tylko 9 części wagowych wody i ogrzewając do 250°C, otrzymuje się zamiast dwuwęglanu węglan potasowy.

Przykład IV. 331 części wagowych azotanu ołowiu traktuje się w sposób, opisany w przykładzie I, 100 częściami wagowymi dwutlenku węgla. Powstały karbaminian rozpuszcza się w wodzie po wypłukaniu ciekłym amonjakiem. Przez ogrzanie roztworu otrzymuje się w znakomitej wydajności węglan ołowiu, który może być, ewentualnie, przeprowadzony w znany, sposób w tlenek.

Przykład V. 111 części wagowych chloru wapnia, rozpuszczonego w małej ilości wody, rozpuszcza się w 2000 części objętościowych cieczy (płyn Divers'a), stanowiącej roztwór azotanu amonowego w amonjaku, i otrzymany roztwór traktuje się 100 częściami wagowymi dwutlenku węgla lub 300 częściami wagowymi gazów odłotowych z pieca wapiennego, zawierających 33% dwutlenku węgla. Powstały osad oddziela się i płóczy ciekłym amonjakiem. Tak otrzymany karbaminian wapniowy ogrzewa się następnie do czerwonego żaru, przyczem odbywa się przemiana na cyjanamid wapniowy. Zamiast azotanu amonowego może być również użyty, np., octan amonowy.

Przykład VI. 100 kg azotanu potasowego zadaje się 2000 l ciekłego amonjaku i

wtłacza 44 kg dwutlenku węgla, poczem odparowuje się nadmiar amonjaku. Pozostałość zawiera karbaminian potasowy i azotan amonowy.

Przykład VII. Postępuje się jak podano w przykładzie VI, otrzymaną mieszaninę soli ogrzewa się z dodatkiem amonjaku pod ciśnieniem. Po usunięciu amonjaku pozostałość zawiera azotan amonowy, mocznik i węglan potasowy.

Przykład VIII. Postępuje się jak w przykładzie VII, dodając jednak przed wtłoczeniem dwutlenku węgla 130 części wagowych drobno sproszkowanego fosforanu amonowego i mieszając podczas reakcji. Po wyparowaniu amonjaku pozostałość zawiera oprócz składników wymienionych w przykładzie VII, jeszcze dobrze zmieszany fosforan amonowy.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania trudno rozpuszczalnych w ciekłym amonjaku karbaminianów metali lub innych połączeń metali, zawierających resztę kwasu karbaminoowego, znamienny tem, że sole metali, rozpuszczalne w ciekłym amonjaku, traktuje się w tym rozpuszczalniku bezwodnikiem węglowym lub gazami zawierającymi bezwodnik węglowy.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że pracuje się w obecności nieznacznych ilości wody.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamienny tem, że do ciekłego amonjaku dodaje się zamiast lub oprócz wody azotanu lub octanu amonowego, które zwiększają rozpuszczalność soli wyjściowych.

4. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że otrzymane karbaminiany alkaliczne przeprowadza się przez ogrzewanie lub zapomocą pary wodnej w sole kwasu węglowego.

5. Sposób według zastrz. 1—4, zna-

mienny tem, że celem otrzymania wartościowych mieszanin soli usuwa się amonjak po traktowaniu bezwodnikiem węglowym, bez poprzedniego oddzielenia otrzymanych karbaminianów, ewentualnie przy równoczesnej lub późniejszej ich przemianie.

6. Sposób według zastrz. 5, znamieny tem, że przed usuwaniem lub po usuwa-

niu amonjaku dodaje się sole, najlepiej sole nawozowe, które przyjmują wolny amonjak, jak azotan amonowy.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.
Zastępca: Dr. inż. M. Kryzan,
rzecznik patentowy