

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

64960

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 18.XI.1968 (P 130 109)

Opublikowano: _____

Pierwszeństwo: 25.V.1972

Kl. 12 o, 17/03

MKPC 07 c 133/02

UKD

Twórca wynalazku: Adam Korczyński

Właściciel patentu: Politechnika Śląska im. W. Pstrowskiego, Gliwice
(Polska)

Sposób otrzymywania krystalicznego chlorowodoru semikarbazydu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania krystalicznego chlorowodoru semikarbazydu bezpośrednio z roztworu otrzymanego w wyniku elektrolitycznej redukcji nitromocznika w kwasie solnym. Sposób ten umożliwia otrzymywanie produktu o wysokim stopniu czystości przy zachowaniu wysokiej wydajności materiałowej i prądowej oraz małym nakładzie pracy.

Dotychczas znany sposób wyodrębniania chlorowodoru semikarbazydu z roztworów poelektrolitycznych, [J. Chem. Soc. 122 (i) 723 (1922)] polega na ich zagęszczaniu pod próżnią metodą periodyczną. Sposób ten poważnie utrudnia proces produkcji krystalicznego chlorowodoru semikarbazydu, a także powoduje znaczne straty sięgające nawet 25%, spowodowane rozkładem produktu pod działaniem podwyższonej temperatury i wzrostu stężenia kwasu solnego w czasie odparowywania roztworu.

Stwierdzono, że można uniknąć wyżej wymienionych wad i w sposób efektywny otrzymać krystaliczny produkt nasycając katolit gazowym chlorowodorem w toku elektrolizy. Wysalające działanie chlorowodoru pozwala wyeliminować proces zagęszczenia roztworu przez odparowanie i prowadzić proces w sposób ciągły.

W sposobie według wynalazku zastosowano ciągły przebieg elektrolizy, z ciągłym odprowadzaniem elektrolitu z przestrzeni katodowej do krystalizatora, przy równoczesnym nasycaniu go chlo-

2

rowodorem i chłodzeniu strumienia elektrolitu, oraz ciągły powrót ługu macierzystego z krystalizatora do elektrolizatora. Strumień elektrolitu nasycany gazowym chlorowodorem w ilości proporcjonalnej do stopnia przereagowania i spadku stężenia kwasu solnego wskutek migracji do komory anodowej i chłodzi do temperatury 20°C. W drodze powrotnej, z krystalizatora do elektrolizera, roztwór przepływa przez naczynie wyposażone w mieszadło, do którego wprowadza się nitromocznik. Osadzony w krystalizatorze produkt krystaliczny odbiera się z dolnej części krystalizatora okresowo, lub w sposób ciągły, odsącza, płucze wodą i suszy.

W wyniku przepłukiwania produktu wodą i elektroosmozy wody z komory anodowej do katodowej może wystąpić nadmiar roztworu w stosunku do pojemności układu. Wówczas nadmiar ten odprowadza się, nasycamy maksymalnie chlorowodorem i chłodzi do temperatury jak najbardziej zbliżonej do 0°C, ustalonej na zasadzie racjonalnego kompromisu pomiędzy nakładami związanymi z uzyskaniem odpowiednio niskiej temperatury, a efektem odzysku produktu z roztworu w danej temperaturze. W ten sposób praktycznie biorąc wytrąca się cała zawartość chlorowodoru semikarbazydu z roztworu, a ługi macierzyste po oddzieleniu produktu używa się do zasilania anolitu, który stanowi 20% kwas solny.

Na rysunku omówionym w poniższym przykła-

dzie przedstawiono schematycznie sposób według wynalazku.

Urządzenie składające się z diafragmowego elektrolizera 1 z katodą rtęciową oraz z krystalizatora 2, dozownika nitromocznika 3 i pompy 4, napienia się rozcieńczonym kwasem solnym o stężeniu od 10 do 20%. Następnie, po uruchomieniu układu termoregulacyjnego 5 i cyrkulacji katolitu pomiędzy komorą katodową elektrolizera i krystalizatorem, włącza się prąd stały o katodowej gęstości rzędu 40 A/dm² oraz dozuję nitromocznik z szybkością zapewniającą stały niewielki jego nadmiar w roztworze, utrzymując temperaturę w komorze katodowej elektrolizera na poziomie 40°C. Nitromocznik pod wpływem działania procesów katodowych redukuje się do semikarbazydu, który ulegając zobojętnieniu kwasem solnym przechodzi w chlorowodorek. Gdy koncentracja tegoż związku w obiegu wyniesie około 200 g w litrze, włącza się układ termoregulacyjny krystalizatora 6 z temperaturą nastawioną na około 20°C i zaczyna się w sposób ciągły doprowadzać gazowy chlorowódor przewodem 7, w ilościach zapewniających wzrost stężenia kwasu solnego w katolicy w granicach do 30%.

W wyniku wysalającego działania chlorowodoru i obniżonej temperatury, w krystalizatorze 2 wytrąca się krystaliczny chlorowodorek semikarbazydu, który dzięki odpowiednio dobranej szybkości przepływu roztworu przez krystalizator mniejszej od szybkości opadania kryształów, zbiera się na jego dnie i spływa do odbieralnika 8, zaopatrzonego w dwa zawory odcinające, naprzemian zamykane w czasie napełniania i opróżniania odbieralnika. Po jego napełnieniu, zamyka się zawór górny i dolnym spuszcza zawieszinę produktu krystalicznego w roztworze na filtr 9.

Po odsączeniu, produkt przemywa się wodą i suszy w temp. 100°C, a przesącz zawraca do obiegu katolitu. Uwolniony roztwór od kryształów produktu spływa przelewem z krystalizatora do wyposażonego w mieszadło dozownika 3, do którego dodaje się nitromocznik w ilości ekwiwalentnej do ilości zredukowanej w procesie katodowym, a określonej na podstawie sukcesywnie oznaczonej sprawności procesu elektroredukcji. Następ-

nie tak skorygowany roztwór pompą 4 podaje do komory katodowej elektrolizera.

W wyniku elektroosmozy po pewnym czasie może nagromadzić się nadmiar roztworu w obiegu katolitu. W przypadku tym stosuje się odmianę sposobu według wynalazku polegającą na tym, że powstały nadmiar katolitu odprowadza się dodatkowo z obiegu z krystalizatora drugim przelewem do chłodzonego zbiornika 10 wyposażonego w doprowadzenie gazowego chlorowodoru 11. Po maksymalnym nasyceniu chlorowodorem i ochłodzeniu do 0°C układem 12, wytrącony produkt odwirowuje się na wirówce 13, a przesącz przekazuje się do zasilania komór anodowych elektrolizera przewodami 14.

Zużyty anolit odprowadza się do neutralizatora ścieków odprowadzeniami 15.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania krystalicznego chlorowodoru semikarbazydu z roztworu otrzymanego w wyniku elektrolitycznej redukcji nitromocznika w kwasie solnym, **znamienny tym**, że odprowadzany z komory katodowej roztwór katolitu nasycany jest gazowym chlorowodorem w ilości kompensującej spadek stężenia kwasu solnego w katolicy w czasie redukcji elektrolitycznej, oziębia się do temperatury 20°C w celu wykrystalizowania produktu, po czym roztwór z nad osadu odprowadza się z krystalizatora przelewem do dozownika, w którym uzupełnia się go nitromocznikiem, a następnie kieruje do przestrzeni katodowej elektrolizera, zaś krystaliczny produkt odwirowuje się, a ług pokrystaliczny łączy ze strumieniem cieczy doprowadzanej do dozownika.

2. Odmiana sposobu według zastrz. 1, **znamienna tym**, że roztwór katolitu po nasyceniu go chlorowodorem i oziębieniu i wykrystalizowaniu produktu częściowo odprowadza się jednym przelewem do dozownika, a częściowo drugim przelewem do oddzielnego zbiornika, w którym dodatkowo oziębia się go do temperatury 0°C i nasycy chlorowodorem, po czym wykrystalizowany chlorowodorek semikarbazydu odwirowuje się, zaś ług pokrystaliczny zawraca się do przestrzeni anodowej elektrolizera.

