

Warszawa, 27 października 1936 r.

URZĄD PATENTOWY

605c 3/00²

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 23731.

Kl. 16. 6.

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
(Frankfurt n. M., Niemcy).

16b 3/00

Sposób wytwarzania siarczanu amonu, wytrzymującego leżakowanie.

Zgłoszono 10 maja 1935 r.

Udzielono 20 sierpnia 1936 r.

Pierwszeństwo: 9 czerwca 1934 r. (Niemcy).

Przy wytwarzaniu siarczanu amonu jako sztucznego nawozu należy specjalną uwagę zwracać na sypkość tej soli i trwałość przy leżakowaniu, to jest, aby sól po dłuższym leżeniu w zmiennej temperaturze przy zmiennej zawartości wilgoci powietrza w magazynie nie ulegała zlepianiu się.

Wiadomo, że siarczan amonu o dużych podłużnych kryształach posiada lepszą wytrzymałość na leżakowanie od soli drobnoziarnistej, składającej się z prawie sześciennych kryształów. Stwierdzono, że własność ta zależy od liczby i wielkości

pustych przestrzeni pomiędzy poszczególnymi ziarnami leżącej masy, a więc od tak zwanej objętości porowej. Im większa jest ta objętość, tym mniejsze są płaszczyzny styku kryształów ze sobą, powodujące, dzięki parowaniu resztek ługu macierzystego i wykrystalizowywaniu zeń igiełek krystalicznych, zlepianie się kryształów siarczanu.

Proponowano szereg sposobów wytwarzania siarczanu amonu o dużych i podłużnych kryształach. Naprzykład do poddawanego wyparowaniu ługu siarczanu amonowego dodawano określoną ilość wolnego

kwasu siarkowego i rozpuszczalnych soli żelaza, glinu lub chromu. Przy sposobie tym kładziono specjalny nacisk na to, że otrzymanie żądanej postaci kryształu zależy od obecności określonej i niezbyt małej ilości wolnego kwasu siarkowego.

Inny sposób otrzymywania podłużnych kryształów polega na pracy w środowisku alkalicznym w obecności rozpuszczonych związków chromu. Przy tym sposobie kształt kryształów i objętość porowa są podobne do otrzymywanych przy sposobie poprzednio wspomnianym.

Obecnie stwierdzono, że można uzyskać siarczan amonu o bardzo znacznej objętości porowej i znacznie lepszej trwałości przy leżakowaniu, jeżeli krystalizację siarczanu amonu przeprowadza się w obecności rozpuszczonej soli glinowej w ilości około 0,003 do 0,7 pro mille (w przeliczeniu na Al_2O_3) przy wartości p_H od 5,8 do 7. Wówczas osiąga się kryształy o zupełnie innym kształcie, a mianowicie sześciokątne krótkie płytki o postaci płatków lub łusek.

Jest rzeczą zadziwiającą, że siarczan amonu, wytworzony zgodnie z wynalazkiem w postaci kryształów płaskich, jest wyjątkowo wytrzymały na leżakowanie, gdyż należało raczej przypuszczać, iż właśnie ze względu na duże płaszczyzny stykających się ze sobą kryształów ułatwione będzie ich zlepianie się ze sobą.

Przy niższych wartościach p_H , np. 2 do 3, a więc w obecności wolnego kwasu, otrzymuje się kryształy w kształcie słupków, podczas gdy przy wyższych wartościach p_H dodatek soli glinu jest bezskuteczny wskutek wypadania z roztworu.

A zatem według wynalazku do ługu siarczanu amonu dodaje się soli glinu oraz kwasu względnie zasady w takich ilościach, aby osiągnąć podczas krystalizacji podane wyżej warunki.

Przy zmianie stężenia roztworu można, ewentualnie podczas krystalizacji siarcza-

nu amonu regulować zawartość glinu lub stężenie jonów wodorowych.

Przykład. W parowniku Simplex, pracującym w przybliżeniu pod ciśnieniem normalnym, wyparowuje się roztwór siarczanu amonu o zawartości około 500 g soli w litrze aż do wypadania siarczanu amonu. Do wyparowywanej cieczy dodano uprzednio 0,02% tlenu glinu, w obliczeniu na siarczan amonu, w postaci roztworu siarczanu glinu, otrzymanego przez rozpuszczenie wolnego od żelaza bauksytu w kwasie siarkowym. Stopień kwasowości odparowywanego ługu siarczanu amonu nastawiono w ten sposób, że ług macierzysty, stykający się w parowniku z solą wykryształizowaną z tego ługu, wykazywał wartość p_H około 6,0 do 6,8.

Siarczan amonu, uwolniony od ługu macierzystego przez odwirowanie, przedstawia postać sześciokątnych płaskich płytek (łusek), jak to uwidoczniło na fig. 1.

Próba suszonej na powietrzu soli wykazała po dziesięciokrotnym krótkim wstrząsaniu cylindra mierniczego pozorny ciężar właściwy 700 g na litr. Objętość porowa wynosi około 60%.

Jeżeli przy jednakowym sposobie wyparowywania i przy jednakowym dodatku soli glinu nastawi się poddawany wyparowywaniu ług tak, aby ług macierzysty wykazywał wartość $p_H = 5,5$ lub poniżej, to otrzyma się kryształy podłużne, przedstawione na fig. 2. Tego rodzaju siarczan amonu, suszony na powietrzu, wykazuje pozorny ciężar właściwy 860 g na litr, a objętość porowa wynosi wówczas około 50%.

Jeżeli wreszcie pracuje się w takich samych warunkach, jednak bez dodatku soli glinu, przy takim samym stopniu kwasowości, jak podano, to otrzymuje się kryształy w postaci w przybliżeniu sześciokątów. Pozorny ciężar właściwy takich kryształów wynosi wówczas około 950 g na litr, a objętość porowa około 45%.

Składniki sprzęgania	Składniki dwuazowe	Zabarwienie
1 - (5', 6', 7', 8' - czterohydro- 2' - oksynaftaleno - 3' - karbo- yloamino) - - 2 - metoksybenzen	4 - amino - 3,2 - dwumetylo - azobenzen	czerni brunatna
- 4 - metoksybenzen	2 - chloro - 4 - benzoyloamino - 5 - metoksy - 1 - aminobenzen	brunat żółtawy
"	4 - amino - 3,2' - dwumetylo- azobenzen	czerni brunatna
- 2 - etoksybenzen	4 - nitro - 1 - naftyloamina	ciemny brunat o odcieniu żółtym
- 2 - etoksybenzen	5 - nitro - 2 - amino 1,4 - dwu- metoksybenzen	brunat czerwony
- 2 - metylo - 4 - metoksybenzen	4 - amino - 2,4' - dwumetylo - 5 - - metoksy - 2' - nitroazobenzen	czerni brunatna
"	4 - amino - 2,3' - dwumetyloazo- benzen	brunat ciemny
- 2 - metylobenzen	2 - nitro - 4 - metoksy - 5 - ami- no - 1 - metylobenzen	czerni brunatna o odcieniu czerw- nowym
"	4 - nitro - 1 - naftyloamina	czerni brunatna
- 2,5 - dwumetoksybenzen	5 - nitro - 2 - amino - 1 - meto- ksybenzen	czerni brunatna o odcieniu czerw- nowym
- 5 - chloro - 2 - metylobenzen	"	czerni o odcieniu zielonym
"	2 - nitro - 4 - metoksy - 5 - ami- no - 1 - metylobenzen	czarno-szare
- 2,5 - dwumetylobenzen	5 - nitro - 2 - amino - 1 - meto- ksybenzen	czerni o odcieniu zielonym
"	5 - nitro - 2 - amino - 1,4 - dwu- metoksybenzen	czerni o odcieniu fioletowym

Składniki sprzęgania	Składniki dwuazowe	Zabarwienie
4 - (5', 6', 7', 8' - czterohydro- - 2' - oksynaftaleno - 3' - karbo- yloamino) - dwufenyl	4 - chloro - 2 - aminodwufeny- loeter,	brunat czerwony
1 - (5', 6', 7', 8' - czterohydro- 2' - oksynaftaleno - 3' - karbo- yloamino) - - naftalen	4 - chloro - 2 - aminodwufeny- lo - eter	brunat czerwony
"	1 - metoksy - 2 - aminobenzeno- - 4 - sulfodwuetiloamid	bordo głębokie
"	1 - aminoantrachinon	brunat ciemny o odcieniu fioletowym
2 - (5', 6', 7', 8', — cztero- hydro - 2' - oksynaftaleno - - 3' - karboiloamino) - - naftalen	5 - chloro - 2 - amino - 1 - mety- lobenzen	brunat czerwony
"	4 - amino - 4' - metoksy - dwu- fenyloamina	" "
"	2 - amino - 5 - benzoiloamino- - 1,4 - dwuetoksybenzen	czerń o odcieniu fioletowym
"	1 - aminoantrachinon	brunat o odcieniu fioletowym
1,5 - (5', 6', 7', 8' - cztero- hydro - 2' - oksynaftaleno - 3' - - karboiloamino) - - naftalen	3 - nitroanilina	brunat
"	3 - nitro - 4 - amino - 1 - meto- ksybenzen	brunat o odcieniu czerwonym
4,4' - dwu (5'', 6'', 7'', 8'' - - czterohydro - 2'' - oksynafta- leno - 3'' - karboiloamino) - - 3,3' - dwumetoksydwufenyl	1 - aminokarbazol	brunat

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania siarczanu amonu, wytrzymującego leżakowanie, z roztworów siarczanu amonu, znamienny tem, że krystalizację przeprowadza się w obecności rozpuszczonej soli glinu w ilości około 0,003 do 0,7 pro mille (w przeliczeniu na

Al_2O_3) w odniesieniu do ilości siarczanu amonu, przy odczynie odpowiadającym wartości p_H około 5,8 do 7.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.
Zastępca: Inż. J. Wyganowski,
rzecznik patentowy.

Fig. 1

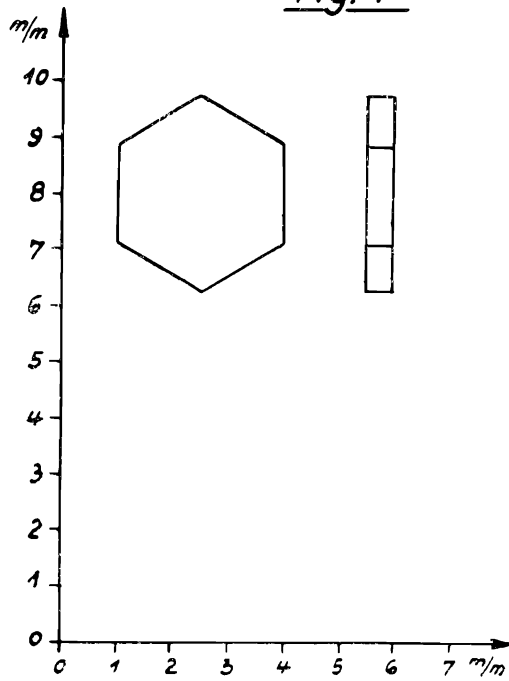


Fig. 2

