

Władysław WALCZYK, Ewa LISOWSKA, Adam KORCZYŃSKI

Katedra Elektrochemii Technicznej i Elektrometalurgii
PPH Polskie Odczynniki Chemiczne w Gliwicach

BADANIA NAD SYNTEZĄ NITROMOCZNIKA W ASPEKTCIE PRODUKCJI PRZEMYSŁOWEJ

Badania miały na celu określenie warunków zwiększenia skali produkcyjnej nitromocznika jako półproduktu dla chlorowodoru semikarbazynu, wytwarzanego metodą elektrochemiczną [1]. Proces otrzymywania nitromocznika, polegający na reakcji azotanu mocznika w środowisku kwasu siarkowego w temperaturach poniżej 273°K (0°C) [2], nie był dotąd dokładniej badany ani modyfikowany. Nitromocznik powstaje w wyniku reakcji nitrowania. Czynikiem nitrującym jest jon nitroniowy powstający z dysocjacji kwasu azotowego odszczerpionego od azotanu mocznika w środowisku stężonego kwasu siarkowego.

W niniejszych badaniach stwierdzono, że optymalny stosunek wagowy stężonego kwasu siarkowego do azotanu mocznika wynosi $6 \pm 0,2 \div 1$. Najwyższą wydajność osiągnano w temperaturach poniżej 270°K (-3°C) oraz gdy czas reakcji nie przekraczał 3 godzin. W temperaturach powyżej 270°K (-3°C) i przy równocześnie przedłużonym czasie reakcji utleniające działanie kwasu azotowego wyraźnie zmniejszało wydajność procesu. Ma to istotne znaczenie przy zwiększaniu skali procesu otrzymywania nitromocznika ze względu na silnie egzotermiczny charakter reakcji nitrowania. Z teoretycznego bilansu cieplnego reakcji wynika, że dla otrzymania 1 kg 100% nitromocznika należy odprowadzić 115 kcal ciepła wytworzonego w środowisku reakcji. Praktycznie, w temperaturze 271°K (-2°C) efekt

egzotermiczny reakcji nitrowania wyniósł około 144 kcal na 1 kg 100% nitromocznika [3].

Okazało się możliwe wyodrębnianie produktu reakcji z wysoką wydajnością przez wylanie mieszaniny poreakcyjnej do zimnej wody i odwirowywanie wytrąconego osadu nitromocznika od rozcieńczonych żugów poreakcyjnych w temperaturach w pobliżu 273°K (0°C). Tak otrzymywany nitromocznik w postaci pasty zawierał przeciętnie 35÷45% nitromocznika, 8÷20% H₂SO₄, 30÷50% H₂O, 5÷10% substancji niezidentyfikowanych. Przy zastosowaniu optymalnych parametrów reakcji nitrowania i operacji wyodrębniania, uzyskiwano nitromocznik z wydajnością 64÷68% w szarżach produkcyjnych zapewniających jednorazowe otrzymanie 30 kg surowego nitromocznika. Znaczne zmniejszenie ilości zanieczyszczeń w nitromoczniku osiągnięto przez dokładne płukanie surowego nitromocznika w wodzie w temperaturze otoczenia i wirowanie wytworzonej zawiesiny w temperaturach poniżej 278°K (+5°C). Stwierdzono przy tym, że niewielki dodatek kwasu solnego do zawiesiny surowego nitromocznika w wodzie (50 ml HCl stężonego na 10 l H₂O) stabilizuje odwirowany osad nitromocznika. Oczyszczony nitromocznik, zawierający przeciętnie 45÷70% podstawowego składnika, 0,5÷2% H₂SO₄ oraz 29÷57% H₂O, uzyskiwano z wydajnością około 80%.

Zawartość podstawowego składnika w nitromoczniku oznaczano potencjometrycznie. Zawartość kwasu siarkowego oznaczano metodą wagową, natomiast wodę metodą destylacji z ksylenem.

LITERATURA

- [1] Korczyński A., Piszczek L.; Przem.Chem.(oddany do druku).
[2]. Organic Syntheses, Coll. Vol. I., N.York 1956.

- [3] Walczyk W., Palamer B., Fischer J.: Obliczenia teoretyczne i badania efektu cieplnego procesu wytwarzania nitromocznika z azotanu mocznika, PPH POCz Gliwice (1967).

ИССЛЕДОВАНИЯ СИНТЕЗА НИТРОМОЧЕВИНЫ В АСПЕКТЕ
ПРОМЫШЛЕННОГО ПРОИЗВОДСТВА

INVESTIGATION UPON SYNTHESIS OF NITROUREA IN ASPECT OF
INDUSTRIAL PRODUCTION