

Adam KORCZYŃSKI

Katedra Elektrochemii Technicznej
i Elektrometalurgii

OTRZYMYWANIE KRYSTALICZNEGO CHLOROWODORKU SEMIKARBAZYDU METODĄ ELEKTROCHEMICZNĄ W PROCESIE CIĄGŁYM

Dotychczas na skalę przemysłową chlorowodorek semikarbazydu otrzymywany jest przeważnie metodami chemicznymi, które wymagają bądź to stosowania wysokich ciśnień, bądź też specjalnych urządzeń chłodniczych lub grzewnych, skomplikowanej aparatury, deficytowych substancji wyjściowych, a produkt z reguły zawiera szereg domieszek obniżających jego jakość niepożądanych przy dalszym zastosowaniu, np. w przemyśle farmaceutycznym, fotochemicznym, odczynnikowym itp. W związku z tym podejmowane są opracowania innych bardziej dogodnych metod produkcji tego związku. Wśród nich, jedną z bardziej interesujących jest metoda elektrochemiczna.

Elektrochemiczna synteza chlorowodoru semikarbazydu polega na katodowej redukcji nitromocznika w środowisku kwasu solnego [1]. Produkt wyodrębnia się z katolitu w sposób periodyczny, drogą zagęszczania roztworu pod obniżonym ciśnieniem. Postępowanie takie poważnie utrudnia proces produkcji krystalicznego chlorowodoru semikarbazydu, a także powoduje znaczne straty sięgające 25%, wskutek rozkładu produktu pod działaniem podwyższonej temperatury i wzrostu stężenia kwasu solnego w czasie odparowywania roztworu.

W wyniku przeprowadzonych badań stwierdzono, że korzystając z zależności rozpuszczalności chlorowodoru semikarbazydu od stężenia kwasu solnego i temperatury [2], można otrzymywać w sposób bar-

dzo efektywny krystaliczny produkt w toku elektrolizy, nasycając katolit gazowym chlorowodorem.

Wysalające działanie chlorowodoru pozwala wyeliminować proces zagęszczania roztworu przez odparowanie i prowadzić proces w sposób ciągły.

Doświadczenia przeprowadzono na instalacji ćwierćtechnicznej składającej się z pięciu kaskadowo ustawionych elektrolizerów wyposażonych w tunelowe komory katodowe i półkowe katody rtęciowe z wymianą ciepła od wewnątrz elektrody [3]. Katolit przepływa w sposób ciągły kolejno przez poszczególne komory katodowe elektrolizerów i krystalizator. Strumień katolitu nasycy się gazowym chlorowodorem, w ilości proporcjonalnej do stopnia przereagowania i spadku stężenia kwasu solnego wskutek migracji do komór anodowych i chłodzi do temperatury możliwie jak najbardziej zbliżonej do 273°K (0°C). W drodze powrotnej z krystalizatora do elektrolizera, roztwór przepływa przez naczynie wyposażone w mieszadko, do którego wprowadza się nitromocznik.

Wytrącany krystaliczny produkt odbiera się z dolnej części krystalizatora okresowo lub w sposób ciągły.

Stosując wyżej opisany układ i:

- stężenie wolnego kwasu solnego w katolicie około 220 g/dm³,
- stężenie produktu w obiegu katolitu 70-80 g/dm³,
- nadmiar nitromocznika w roztworze w stosunku do jego rozpuszczalności,
- katodową gęstość prądu około 60 A/dm²,
- temperaturę katolitu 313°K (40°C),
- temperaturę krystalizatora 278-383°K (5-10°C),
- nasycanie katolitu chlorowodorem,

można otrzymywać krystaliczny chlorowodorek semikarbazynu w sposób ciągły w toku elektrolizy z około 55%-ową wydajnością prądową i 75%-ową wydajnością materiałową, przy zużyciu jednostkowym energii elektrycznej około 58 kWh sek/kg, tj. około 12 kWh/kg produktu.

LITERATURA

- [1] Bircher L.J., Ingersoll A.W. i inni: J.Am. Chem. Soc. 47, 391 (1925).
- [2] Korczyński A., Piszczek L.: Zesz.Nauk.Pol.Śl. (w druku).
- [3] Wasilewski L., Korczyński A., Kozioł K.: pat.pol. nr 42843 (1959).

**ПОЛУЧЕНИЕ КРИСТАЛЛИЧЕСКОГО СОЛЯНОКИСЛОГО
СЕМИКАРБАЗИДА ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИМ МЕТОДОМ
В НЕПРЕРЫВНОМ ПРОЦЕССЕ**

**THE CONTINUOUS PROCESS OF PRODUCTION OF CRYSTALLINE SEMIKARBAZIDE
HYDROCHLORIDE BY THE ELECTROCHEMICAL METHOD**