



AUSGEGEBEN  
AM 8. FEBRUAR 1921

REICHSPATENTAMT  
PATENTSCHRIFT

— № 332679 —  
KLASSE 12<sup>o</sup> GRUPPE 17/19

Badische Anilin- & Soda-Fabrik in Ludwigshafen a. Rh.

Verfahren zur Herstellung von Harnstoff aus Kohlensäureverbindungen des Ammoniaks.

Patentiert im Deutschen Reiche vom 11. Juli 1915 ab.

Bei der Herstellung von Harnstoff aus den Kohlensäureverbindungen des Ammoniaks, insbesondere Carbaminat bzw. Carbonat, durch Erhitzen unter Druck ist es erwünscht, die Beschickung des Autoklaven möglichst einfach und rasch zu gestalten, um die einzelnen Arbeitsgänge möglichst unmittelbar aufeinander folgen zu lassen und so die verhältnismäßig hohen Drucken ausgesetzte Druckapparatur voll auszunutzen.

Es wurde nun gefunden, daß die Beschickung des Autoklaven sich außerordentlich zweckmäßig in der Weise ausführen läßt, daß man eine in einem besonderen druckfesten Gefäße hergestellte Schmelze des Ausgangsmaterials, die man insbesondere aus Ammoniumcarbaminat mit Hilfe von wenig Wasser (bzw. Ammoniumcarbonat) leicht gewinnen kann, in der Hitze in den Autoklaven einführt. Die Wassermenge kann in einigen Grenzen schwanken, doch wählt man sie zweckmäßig nicht so groß, daß sie die Harnstoffausbeute wesentlich beeinträchtigen würde. Da für diese Einschmelzung verhältnismäßig geringe Drucke ausreichen, kann das dafür dienende Gefäß erheblich größere Dimensionen erhalten als der für die Harnstoffgewinnung dienende Autoklav.

Man verfährt beispielsweise derart, daß man in ein mit Rührung und Heizung versehenes Druckgefäß 10 Teile Carbaminat und 1 Teil Wasser füllt; es wird geheizt, bis völlige Schmelzung eingetreten ist, was etwa bei 90° (und 15 Atm.) der Fall ist, und

pumpt die Schmelze in den geheizten, zur Harnstoffbildung dienenden Autoklaven, wobei die Verbindungsrohre und die Pumpe selbst mindestens auf der Temperatur der Schmelze gehalten werden. An Stelle der Schmelze aus Carbaminat und Wasser kann man auch eine solche aus Carbaminat allein, die aber erst bei etwa 130° entsteht, verwenden. Wählt man statt eines Autoklaven für die Harnstoffschmelze mehrere hintereinandergeschaltete Druckgefäße oder ein druckfestes geheiztes Röhrensystem, so kann die Harnstoffschmelze am Ende des Systems kontinuierlich abgezapft werden. In ein druckfestes Spiralrohr, das sich in einem Heizbade befindet, wird kontinuierlich Carbaminatschmelze eingepumpt und am andern Ende des Rohres kontinuierlich entspannt oder in einen anhängenden druckfesten Behälter geführt, den man von Zeit zu Zeit durch Öffnung des Ventils entleeren kann. Die Temperatur der Schmelze in dem Spiralrohr wird auf etwa 135 bis 140° gehalten, und die Geschwindigkeiten werden so eingestellt, daß die Schmelze zum Durchlaufen des Rohres etwa 2 bis 3 Stunden braucht. In der entspannten Schmelze befinden sich etwa 25 Prozent oder mehr des angewendeten Carbaminats in Harnstoff umgewandelt vor.

PATENT-ANSPRÜCHE:

I. Verfahren zur Herstellung von Harnstoff aus Kohlensäureverbindungen des Ammoniaks durch Erhitzen in druck-

Lagerexemplar

festen Gefäßen, dadurch gekennzeichnet, daß eine außerhalb des Reaktionsgefäßes hergestellte Schmelze des Ausgangsmaterials unter Druck in das Reaktionsgefäß eingeführt wird.

5

2. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als Reaktionsgefäß ein druckfestes System verwendet

und das Verfahren kontinuierlich gestaltet wird.

10

3. Verfahren gemäß Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß eine aus Ammoniumcarbaminat bzw. Ammoniak und Kohlensäure unter Zusatz geringer Wassermengen hergestellte Schmelze benutzt wird.

15