



(12) **CERERE DE BREVET DE INVENȚIE**

(21) Nr. cerere: **a 2014 00380**

(22) Data de depozit: **23/11/2011**

(30) Prioritate:
23/11/2011 RU 2011147680

(41) Data publicării cererii:
30/12/2016 BOPI nr. **12/2016**

(86) Cerere internațională PCT:
Nr. **RU 2012/001014 23/11/2011**

(87) Publicare internațională:
Nr. **WO 2013/07775/30.05.2013**

(71) Solicitant:
• **BATULLINI FARID ALEKOVICH,**
*PR.BELYAEVA, 55, KV.8, NABEREZHNYE
CHELNY, RU;*
• **ANDREEV ANDREI VLADIMIROVICH, UL.**
*GAGARINA, 2, KV.9 UFIMSKY R-N,
MILOVKA, RU*

(72) Inventatori:
• **BATULLINI FARID ALEKOVICH,**
*PR.BELYAEVA, 55, KV.8, NABEREZHNYE
CHELNY, RU;*
• **ANDREEV ANDREI VLADIMIROVICH,**
*UL. GAGARINA, 2, KV.9 UFIMSKY R-N,
MILOVKA, RU*

(74) Mandatar:
ENPORA BRAND MANAGEMENT S.R.L.,
*STR.GEORGE CĂLINESCU NR. 52A, AP.1,
BUCUREȘTI*

(54) **METODĂ PENTRU OBTINEREA CARBAMIDEI CRISTALINE
CU PURITATE RIDICATĂ**

(57) Rezumat:

Prezenta invenție se referă la o metodă pentru obținerea carbamidei cristaline cu puritate ridicată, carbamida rezultată fiind utilizată ca aditiv în industria alimentară, precum și ca reactiv în analizele de laborator. Metoda conform invenției constă în încălzirea soluției apoase de carbamidă la o temperatură cuprinsă în intervalul 20...30°C pentru o concentrație de 30%, la 50...60°C pentru o concentrație de 50%, la 70...80°C pentru o

concentrație de 70%, la 90...130°C pentru o concentrație de 90% sau mai mare, în care soluția este purificată prin electrodiализă la un voltaj cuprins în intervalul de 400...600 V.

Revendicări: 2
Figuri: 1



METODĂ PENTRU OBTINEREA CARBAMIDEI CRISTALINĂ CU PURITATE RIDICATĂ

Descriere

Prezenta invenție se referă la obținerea carbamidei, în special la o metodă pentru obținerea carbamidei cristalină cu puritate ridicată.

În prezent, sunt cunoscute metode de obținere a carbamidei cristalină și granulată. Metodele industriale pentru obținerea carbamidei se bazează pe cristalizarea soluției apoase de carbamidă obținută din dioxid de carbon și amoniac. Totuși, carbamida obținută prin metodele cunoscute nu are un grad de puritate suficient pentru a fi utilizată în industria alimentară și ca reactiv în analizele de laborator.

Soluția tehnică cea mai apropiată aleasă ca prototip este o metodă de obținere a carbamidei cristalină obținută pe baza dioxidului de carbon și a amoniacului (Brevetul RU 2041202). Metoda include cristalizarea carbamidei în volumul total al soluției suprasaturate, îndepărtarea apei din cristale cu obținerea unei mase compacte, urmată de îndepărtarea cristalelor de carbamidă prin filtrare și uscarea acestora. Totuși, carbamida obținută astfel tot nu are un grad de puritate suficient pentru a fi folosită în industria alimentară și ca reactiv în analizele de laborator.

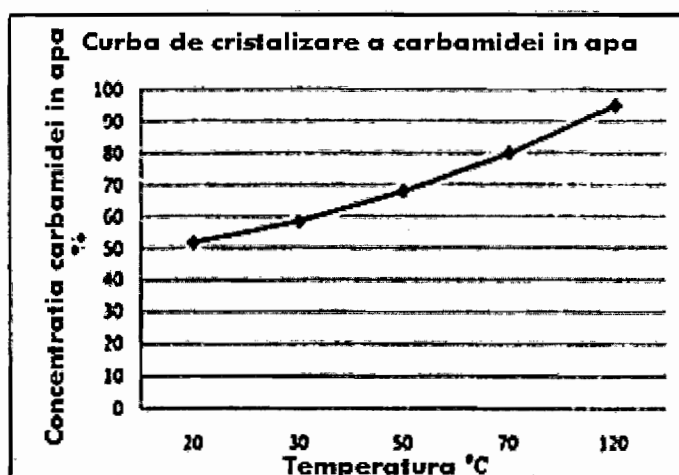
Obiectivul prezentei invenții este acela de a obține carbamidă cristalină de puritate ridicată.

Acest obiectiv este realizat printr-o metodă de obținere a carbamidei cristalină de puritate ridicată dintr-o soluție apoasă de carbamidă, ce include cristalizarea și uscarea carbamidei conform prezentei invenții, soluția apoasă de carbamidă este încălzită la o temperatură ce variază între +30°C până la +130°C, apoi soluția este purificată prin electrodiализă la un voltaj cuprins în intervalul 400 V - 600 V, în care soluția este încălzită la +30°C la o concentrație de 30%, la +40-50°C la o concentrație de 50%, la +70-80°C la o concentrație de 70%, la +90-130°C la o concentrație de 90% sau mai mare.

Dispozitivul pentru implementarea metodei inventive este ilustrat în Figura 1. Dispozitivul prezintă un recipient de depozitare 1 pentru soluția inițială de carbamidă, o unitate pentru electroodializă 2, o pompă 3 pentru transportarea soluției din recipientul 1 în unitatea de electroodializă 2, un recipient 4 pentru soluția purificată de carbamidă, o pompă 5 pentru transportul soluției purificate de carbamidă în recipientul 4, o unitate de evaporare și cristalizare 6, o pompă 7 pentru transportul carbamidei purificate din recipientul 4 în unitatea de evaporare și cristalizare 6.

Metoda este realizată după cum urmează. Soluția apoasă de carbamidă brută localizată în recipientul de depozitare 1 este încălzită la temperatura de lucru cuprinsă între +30°C până la +130°C pentru a evita cristalizarea timpurie a carbamidei, în care soluția este încălzită la +30°C la o concentrație de 30%, la +40-50°C la o concentrație de 50%, la +70-80°C la o concentrație de 70%, la +100-120°C la o concentrație de 90% sau mai mare. Relația dintre concentrația soluției și temperatura de încălzire a acesteia este determinată empiric și este prezentată în Tabelul 1.

Tabelul 1



Așa cum se observă din Tabelul 1, carbamida este parțial convertită în stare cristalină la o temperatură a soluției de carbamidă mai mică de 30°C. La încălzirea soluției la peste 130°C, are loc o hidroliză parțială a ureei și are loc dimerizare în biuret, al cărui conținut în carbamida purificată este strict normal.

Apoi soluția este transportată de pompa 3 în unitatea de electrodializă 2. În unitatea de electrodializă 2, ionii formatori de săruri sunt îndepărtați din soluție cu ajutorul curentului electric de 400V-600V. Acest interval asigură performanța optimă a procedurii: raportul cantitate/calitate. Când voltajul depășește 600V, produsul rezultat nu îndeplinește caracteristicile carbamidei purificate, aplicabile în cadrul analizelor de laborator și în industria alimentară. Când voltajul este mai mic de 400V, procesul de purificare prin electrodializă este lent, astfel că eficacitatea acestuia este redusă. După etapa de deionizare, soluția purificată este transportată de pompa 5 în recipientul de depozitare 4, apoi este transportată de pompa 7 în unitatea de evaporare și cristalizare 6, unde soluția este separată în carbamidă cristalină purificată (cristalizarea carbamidei) și apă deionizată. Cristalizarea carbamidei simultan cu uscarea acesteia este realizată prin încălzirea soluției la temperaturi cuprinse între 110°C și 150°C sub presiune atmosferică sau sub vacuum la 50 - 10 mm Hg. 50-80°C.

Parametrii de calitate ai carbamidei obținută prin metoda revendicată sunt prezentați în Tabelul 2.

Tabelul 2	
Numele parametrului	Valoare
1. Frația de masă de carbamidă (CH ₄ ON ₂), %, nu mai mic	99,8
2. Temperatura de topire, °C	132,7±1
3. Frația de masă de componentelor insolubile în apă, %, până la	0,003
4. Frația de masă de reziduuri după încălzire (sub formă de sulfatați), %, până la	0,01
6. Frația de masă de sulfatați (SO ₄), %, până la	0,001
7. Frația de masă de cloruri (Cl), %, până la	0,0005
8. Frația de masă de fier (Fe), %, până la	0,0001
9. Frația de masă de metale grele (Pb), %, până la	0,0002
10. Frația de masă de amoniac liber(NH ₃), %, până la	0,005
11. Frația de masă de biuret, %, până la	0,1

Astfel, gradul de puritate al carbamidei cristalină obținută permite utilizarea acesteia ca aditiv în industria alimentară (aditivul alimentar E927b) și ca reactiv în analizele de laborator.

Mai mult, carbamida cristalină cu puritate ridicată obținută este împachetată în pungi de polipropilenă sau în alte recipiente asemănătoare. Apa deionizată obținută este un produs secundar cu aplicație țintă: utilizare ca și component al soluției anti-îngheț folosită la spălarea parbrizelor.

Revendicări

1. Metodă pentru obținerea carbamidei cristaline cu puritate ridicată dintr-o soluție apoasă de carbamidă, ce include cristalizarea și uscarea carbamidei, caracterizată prin aceea că soluția apoasă de carbamidă este încălzită la o temperatură cuprinsă între +30°C și +130°C, în care soluția este purificată prin electrodiализă la un voltaj cuprins în intervalul 400V – 600V.
2. Metodă conform revendicării 1, caracterizată prin aceea că soluția apoasă de carbamidă este încălzită la 20-30°C la o concentrație de 30%, la 50-60°C la o concentrație de 50%, la 70-80°C la o concentrație de 70%, la 90-130°C la o concentrație de 90% sau mai mare.

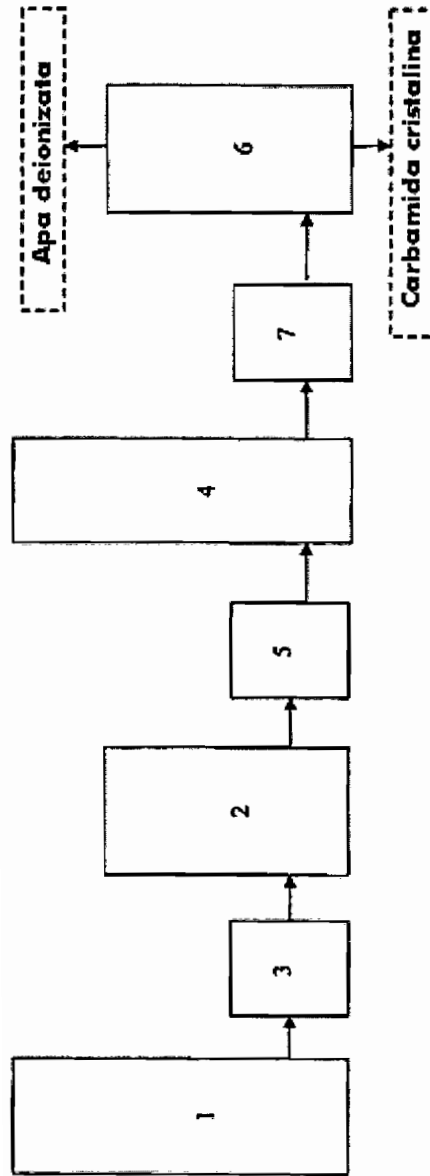


Fig. 1