



(19)대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(51) 。 Int. Cl.	(45) 공고일자	2007년05월07일
<i>C01B 11/02</i> (2006.01)	(11) 등록번호	10-0714529
<i>B01J 14/00</i> (2006.01)	(24) 등록일자	2007년04월26일

(21) 출원번호	10-2005-7016199	(65) 공개번호	10-2005-0116806
(22) 출원일자	2005년08월31일	(43) 공개일자	2005년12월13일
심사청구일자	2005년09월07일		
번역문 제출일자	2005년08월31일		
(86) 국제출원번호	PCT/SE2004/000282	(87) 국제공개번호	WO 2004/078648
국제출원일자	2004년03월02일	국제공개일자	2004년09월16일

(30) 우선권주장 10/376,261 2003년03월03일 미국(US)

(73) 특허권자 악조 노벨 엔.브이.
네덜란드 엔엘-6800 에스비 아르넴 피.오.박스 9300

(72) 발명자 우드러프, 토마스
미국, 조지아 지에이 30066, 마리에타, 아파트 #123, 윌리엄스드라이브 425

제퍼슨, 제임스
미국, 조지아 30157, 달라스, 헌터스 패스 15

(74) 대리인 강석용
강명구

(56) 선행기술조사문헌
WO 02/053277 A US 5376350 A
US 2003/031621 A1

심사관 : 김범수

전체 청구항 수 : 총 12 항

(54) 이산화염소 제조 공정

(57) 요약

본원 발명은 다음의 단계들을 포함하는 이산화염소의 연속적 제조 공정에 관한다: 약 90 중량%를 넘는 최초 농도의 황산을 물로 희석시키는 단계; 상기 희석시킨 황산을 약 100℃ 이하의 온도로 만드는 단계; 약 100℃ 미만의 온도를 가지는 상기 희석시킨 황산을 제 1 공급 노즐(feeding nozzle)을 통하여 반응기에 공급하는 단계; 알칼리 금속 염소산염(alkali metal chlorate) 및 과산화 수소(hydrogen peroxide)를 포함하는 수용액을 제 2 공급 노즐을 통하여 상기 반응기(5)에 공

급하는 단계, 여기서 상기 제 1 및 제 2 공급 노즐(1, 2)은 서로 반대편에 있으며 반대쪽을 향하고 있음; 이산화염소를 함유하는 생성물 기류를 형성하기 위하여 알칼리 금속 염소산염을 무기산 및 과산화 수소와 반응시키는 단계; 및, 반응기로부터 상기 생성물 기류를 회수하는 단계. 본원 발명은 또한 이산화염소 제조 장치에 관한다.

대표도

도 2

특허청구의 범위

청구항 1.

다음의 단계들을 포함하는 이산화염소의 연속적 제조 공정:

90 중량%을 넘는 최초 농도의 황산을 60 내지 90 중량%의 농도로 물로 희석시키는 단계;

상기 희석시킨 황산을 5℃ 이상 100℃ 미만의 온도로 만드는 단계;

100℃ 미만의 온도를 가지는 상기 희석시킨 황산을 제 1 공급 노즐(3) (feeding nozzle)을 통하여 반응기(5)에 공급하는 단계;

알칼리 금속 염소산염(alkali metal chlorate) 및 과산화 수소(hydrogen peroxide)를 포함하는 수용액을 제 2 공급 노즐(4)을 통하여 상기 반응기(5)에 공급하는 단계, 여기서 상기 제 1 및 제 2 공급 노즐(4)은 서로 반대편에 있으며 반대쪽을 향하고 있음;

이산화염소를 함유하는 생성물 기류를 형성하기 위하여 알칼리 금속 염소산염을 황산 및 과산화 수소와 반응시키는 단계; 및,

상기 반응기(5)로부터 상기 생성물 기류(product stream)를 회수하는 단계.

청구항 2.

제 1항에 있어서, 이산화염소를 함유하는 수용액을 형성하기 위하여 상기 반응기(5)로부터 회수된 생성물 기류를 동력용수(motive water)를 사용하여 희석시키는 추출기(14)로 보내는 것을 특징으로 하는 이산화염소의 연속적 제조 공정.

청구항 3.

제 1항 내지 2항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 희석시킨 황산을 5 내지 95 ℃의 온도로 만드는 것을 특징으로 하는 이산화염소의 연속적 제조 공정.

청구항 4.

제 1항 내지 2항 중 어느 한 항에 있어서, 스테틱 믹서(static mixer)(10)에 의하여 상기 황산을 물로 희석시키는 것을 특징으로 하는 이산화염소의 연속적 제조 공정.

청구항 5.

제 2항에 있어서, 추출기(14)를 위한 동력용수의 슬립스트림(slipstream)을 냉각 매개물(medium)로서 가지는 열 교환기(12) 안에서 상기 회석시킨 황산을 냉각시키는 것을 특징으로 하는 이산화염소의 연속적 제조 공정.

청구항 6.

제 1항 내지 2항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 반응기(5)는 관통형 용기(through-flow vessel) 또는 파이프(pipe)인 것을 특징으로 하는 이산화염소의 연속적 제조 공정.

청구항 7.

제 6항에 있어서, 상기 반응기(5)는 관모양(tubular)인 것을 특징으로 하는 이산화염소의 연속적 제조 공정.

청구항 8.

제 6항에 있어서, 상기 제 1 및 제 2 공급 노즐(3, 4)는 상기 반응기(5)의 한쪽 말단에 인접하여 놓여지며, 상기 생성물 기류는 반응기(5)의 다른 쪽 말단에서 회수되는 것을 특징으로 하는 이산화염소의 연속적 제조 공정.

청구항 9.

제 6항에 있어서, 상기 반응기(5)는 수직적으로 배치되는 것을 특징으로 하는 이산화염소의 연속적 제조 공정.

청구항 10.

제 9항에 있어서, 상기 제 1 및 제 2 공급 노즐(3, 4)는 상기 반응기(5)의 바닥에 인접하여 놓여져서 반응기(5)를 통과하는 주 유동(main flow) 방향은 위쪽으로 향하며, 상기 생성물 기류는 반응기(5)의 상부에서 회수되는 것을 특징으로 하는 이산화염소의 연속적 제조 공정.

청구항 11.

제 6항에 있어서, 상기 제 1 및 제 2 공급 노즐(3, 4)는 반대편에 놓여지며, 상기 반응기(5)를 따라 중심선을 향하고 있는 것을 특징으로 하는 이산화염소의 연속적 제조 공정.

청구항 12.

황산을 회석시키는 수단(10), 상기 회석시킨 황산을 냉각시키는 수단(12), 황산을 위한 제 1 공급 노즐(3)과 알칼리 금속 염소산염 및 과산화 수소를 포함하는 수용액을 위한 제 2 공급 노즐(4)이 그 안에 배치되어 있는 반응기(5)를 포함하며, 여기서 상기 제 1 및 제 2 공급 노즐(3, 4)는 서로 반대편에 있으며, 반대쪽을 향하고 있고, 또한 상기 반응기(5)에는 이산화염소를 함유하는 생성물 기류를 위한 배출구가 제공되는, 이산화염소의 연속적 제조에 유용한 장치.

청구항 13.

삭제

명세서

기술분야

본원 발명은 무기산, 알칼리 금속 염소산염 및 과산화 수소로부터 이산화염소를 제조하는 공정 및 장치에 관한다.

배경기술

이산화염소는 펄프 표백, 유지-표백, 물 정제 그리고 산업 폐기물로부터 유기 물질의 제거와 같은 다양한 적용에 사용된다. 이산화염소는 저장에 안정하지 않기 때문에, 현지에서 제조되어야 한다.

이산화염소는 수성의 반응 매개물에서 알칼리 금속 염소산염 및 무기산, 바람직하게는 황산을 환원제와 반응시킴으로써 제조될 수 있다. 물 정제 적용 또는 소형 표백 설비와 같은 소규모 단위의 제조를 위하여, 반응 매개물로부터 이산화염소 기체를 분리하지 않고, 선택적으로 물로 희석시킨 후에, 반응기로부터 직접적으로 용액을 함유하는 이산화염소를 회수하는 것이 바람직하다. 이러한 공정은 미국 특허 제 2833624, 4534952, 5895638, WO 00/76916, 및 WO 03/000586에 기술되어 있다. 유사한 공정은 미국 특허 출원 공개 번호 제 2003/0031621호에 기술되어 있는데, 여기서 반응물은 구모양의 반응 챔버로 주입되어야 하는 것으로 교수하고 있다.

상업적 작업으로부터의 경험은 화학약품을 제공하고 혼합하는 방법이 공정의 효율성에 영향을 미치는 것을 보여주었다. 지금까지는 공정을 작동시키는 최적의 방법은 장치에 제공되는 디스크 또는 유사한 장치가 배치되어 있는 실질적으로 수직인 반응기를 사용하는 것인데, 여기서 알칼리 금속 염소산염 및 과산화 수소의 미리 혼합된 용액은 디스크 위에서 제공되며, 황산은 디스크 아래에서 제공되어 개구를 통해 유동(flow)으로 보내져서, 이후 알칼리 금속 염소산염 및 과산화 수소와 혼합된다. 이러한 배치는 WO 03/000586에 기술되어 있다.

고농도의 황산은 보다 희석된 등급보다 덜 부식성이고 시장에서 보다 쉽게 입수가능하기 때문에, 고농도의, 바람직하게는 약 90 중량%를 넘는 황산을 사용하는 것이 바람직하다. 그러나 만약 이산화염소 제조가 매우 적은 양이 아니라면, 만약 고농도의 황산이 사용될 때, 이산화염소의 잦은 분해(decomposition) 없이 안정한 작업을 달성하는 것은 어렵다는 것을 알았다.

발명의 상세한 설명

발명의 요약

이산화염소의 실질적인 분해 없이 작동될 수 있는 이산화염소의 제조 공정을 제공하는 것이 본원 발명의 목적이다.

고농도의 황산이 사용될 수 있는 이산화염소의 제조 공정을 제공하는 것이 본원 발명의 또 다른 목적이다.

또한 상기 목적에 유용한 장치를 제공하는 것이 본원 발명의 또 다른 목적이다.

발명의 간단한 설명

놀랍게도 다음의 단계들을 포함하는 이산화염소의 연속적 제조 공정을 제공함으로써 이러한 목적을 달성하는 것이 가능함을 발견하였다:

약 90 중량%를 넘는, 바람직하게는 약 60 내지 약 90 중량%, 가장 바람직하게는 약 65 내지 88 중량%의 최초 농도의 황산을 물로 희석시키는 단계;

희석시킨 황산을 약 100℃ 미만의 온도, 바람직하게는 약 5 내지 95℃의 온도, 가장 바람직하게는 약 30 내지 약 65℃의 온도로 만드는 단계;

약 100℃ 미만, 바람직하게는 약 5 내지 약 95℃, 가장 바람직하게는 약 30 내지 65℃의 온도를 가지는 희석시킨 황산을 제 1 공급 노즐을 통하여 반응기에 공급하는 단계;

알칼리 금속 염소산염 및 과산화 수소를 포함하는 수용액을 제 2 공급 노즐을 통하여 상기 반응기에 공급하는 단계, 상기 제 1 및 제 2 공급 노즐은 반대편에 있으며, 서로 반대쪽을 향하고 있음;

이산화염소를 함유하는 생성물 기류를 형성하기 위하여 알칼리 금속 염소산염을 무기산 및 과산화 수소와 반응시키는 단계; 및,

상기 반응기로부터 생성물 기류를 회수하는 단계.

바람직하게는 반응기로부터 회수된 생성물 기류는 반응기의 배출구(outlet)에 연결된 추출기(eductor)로 보내지는데, 추출기는 그 안에 액체, 폼(foam) 및 기체를 포함하는 생성물 기류를 이산화염소를 함유하는 희석된 용액을 형성하기 위하여 추출기로 유동하게 하고 동력용수(motive water)와 혼합하게 하는 흡입력을 생성한다. WO 03/000586에 기술된 바와 같은 적절한 유형의 추출기가 사용될 수 있다.

황산의 희석은 물과 혼합시킬 수 있는 어떠한 수단에 의해서도 달성될 수 있는데, 이중에서도 스테틱 믹서(static mixer)가 특히 바람직하다. 만약 희석 후 황산의 온도가 약 100℃를 넘는다면, 열 에너지를 제거하기 위하여 어떠한 전통적인 방법으로 달성될 수 있는 냉각이 필요하다. 추출기를 위한 동력용수의 슬립스트림이 냉각 매개체로서 기능하는 열 교환기를 사용하는 것이 특히 유리함을 발견하였다. 바람직하게는 생성된 ClO_2 1kg당 약 1 내지 약 6 kg의 H_2SO_4 , 가장 바람직하게는 약 2 내지 약 4 kg의 H_2SO_4 가 공급된다.

바람직한 반응기는 바람직하게는 실질적으로 관모양의 관통형 용기(tubular through-flow vessel) 또는 파이프(pipe)이다. 이때 제 1 및 제 2 공급 노즐은 반응기의 한쪽 말단에 인접하여 적절하게 놓여져 있으며, 생성물 기류는 다른 쪽 말단에서 회수된다. 바람직하게는 제 1 및 제 2 공급 노즐은 서로 반대편에 놓여져 있으며, 반응기를 따라 중심선 쪽, 즉, 반응기의 횡단면 쪽으로 향하고 있다. 비록 필요한 것은 아니지만, 알칼리 금속 염소산염 및 과산화 수소의 용액과 황산을 위한 추가적인 공급 노즐을 사용하는 것도 가능하다. 또한 반응기는 유지하는 동안 세척(flushing) 및 배수(drainage)를 위한 노즐이 제공될 수도 있다. 가장 바람직하게는 반응기는 반응기의 바닥에 인접하여 놓여진 제 1 및 제 2 공급 노즐과 실질적으로 수직적으로 배치되어, 반응기를 통과하는 주된 유동 방향은 위쪽을 향하고, 생성물 기류는 이들의 상부에서 회수된다.

사용되는 반응기의 길이(주된 유동 방향으로)는 바람직하게는 약 50 내지 약 800 mm, 가장 바람직하게는 약 200 내지 약 650 mm이다. 약 25 내지 약 300 mm, 바람직하게는 약 70 내지 약 200 mm의 내부 직경을 가진 실질적으로 관모양의 반응기를 사용하는 것이 바람직한 것으로 밝혀졌다. 약 12:1 내지 약 1:1, 가장 바람직하게는 약 8:1 내지 약 4:1의 길이:내부 직경의 바람직한 비율을 가지는 실질적으로 관모양의 반응기를 사용하는 것이 특히 바람직하다. 반응기에서의 적절한 평균 체류 시간은 대부분의 경우에서 약 1 내지 약 1000 초, 바람직하게는 약 2 내지 약 40초이다.

제 2 공급 노즐을 통하여 공급되는 알칼리 금속 염소산염 및 과산화 수소를 포함하는 수용액은 여기 참고문헌으로 첨부되어 있는 WO 00/76916에 기술된 바와 같은 조성물을 가질 수도 있다. 이러한 조성물은 약 1 내지 약 6.5 moles/L, 바람직하게는 약 3 내지 약 6 moles/L의 알칼리 금속 염소산염, 약 1 내지 약 7 moles/L, 바람직하게는 약 3 내지 약 5 moles/L의 과산화 수소, 및 하나 이상의 보호 콜로이드, 라디칼 제거제 또는 배위 착화제(complexing agent)에 기초된 인산을 포함하는 수용액 일 수도 있는데, 여기서 수용액의 pH는 적절하게는 약 0.5 내지 약 4, 바람직하게는 약 1 내지 약 3.5, 가장 바람직하게는 약 1.5 내지 약 3이다. 바람직하게는 배위 착화제에 기초된 하나 이상의 인산은 바람직하게는 약 0.1 내지 약 5 mmoles/L, 가장 바람직하게는 약 0.5 내지 약 3 mmoles/L의 양으로 존재한다.

만약 보호 콜로이드가 존재한다면, 이의 농도는 바람직하게는 약 0.001 내지 약 0.5 moles/L, 가장 바람직하게는 약 0.02 내지 약 0.05 moles/L 이다. 만약 라디칼 제거제가 존재한다면, 이의 농도는 바람직하게는 약 0.01 내지 약 1 moles/L, 가장 바람직하게는 약 0.02 내지 약 0.2 moles/L 이다. 특히 바람직한 조성물은 1-하이드록시에틸리덴-1,1-디포스포릭 애시드, 1-아미노에탄-1,1-디포스포릭 애시드, 아미노트리(메틸렌포스포릭 애시드), 에틸렌 디아민 테트라(메틸렌포스포릭 애시드), 헥사메틸렌 디아민 테트라(메틸렌포스포릭 애시드), 디에틸렌트리아민 펜타(메틸렌포스포릭 애시드), 디에틸렌트리아민 헥사(메틸렌포스포릭 애시드), 1-아미노알칸-1,1-디포스포릭 애시드(모르포르노메탄 디포스포릭 애시드, N,N-디메틸 아미노디메틸 디포스포릭 애시드, 아미노메틸 디포스포릭 애시드와 같은)로 구성된 그룹에서 선택된 배위 착화제 기초된 하나 이상의 인산, 반응 생성물 및 이들의 염, 바람직하게는 나트륨 염을 포함한다. 유용한 보호 콜로이드는 알칼리 금속 주석산, 특히 주석산 나트륨[sodium stannate, $\text{Na}_2(\text{Sn}(\text{OH})_6)$]과 같은 주석을 포함한다. 유용한 라디칼 제거

제는 2,6-피리딘 디카르복실릭 एसि드와 같은 피리딘 카르복실릭 एसि드를 포함한다. 적절하게는 염소 이온의 양은 약 300 mmol/L 미만, 바람직하게는 약 50 mmol/L 미만, 보다 바람직하게는 약 5 mmol/L 미만, 가장 바람직하게는 약 0.5 mmol/L 미만이다.

알칼리 금속 염소산염, 무기산 및 과산화 수소의 반응은 반응기에서 일반적으로 액체 및 폼 모두를 포함하며 이산화염소, 산소, 무기산의 알칼리 금속염 및, 대부분의 경우에서, 알칼리 금속 염소산염 및 무기산과 같은 공급 화학약품과 반응하지 않고 남아있는 약간의 화학종을 함유하는 생성물 기류의 형성을 유발한다. 이산화염소 및 산소는 액체에 용해된 채로 및 기체 기포로 존재할 수도 있다. 약 75% 내지 100%, 바람직하게는 약 80 내지 100%, 가장 바람직하게는 약 95 내지 100%의 염소산의 이산화염소로의 변환도를 달성하는 것이 가능함을 발견하였다.

반응기의 온도는 적절하게는 주변의 압력에서 반응물 및 생성물 기류의 끓는점 미만으로, 바람직하게는 약 20 내지 약 80°C, 가장 바람직하게는 약 30 내지 약 60°C로 유지된다. 반응기 내에서 유지되는 압력은 바람직하게는 약간 대기중보다 낮고, 바람직하게는 약 30 내지 100 kPa 절대압력(absolute), 가장 바람직하게는 약 65 내지 약 95 kPa 절대압력이다.

본원 발명은 상기 기술된 공정에 따른 이산화염소 제조에 적합한 장치에 관한다. 상기 장치는 황산을 희석시키는 수단, 바람직하게는 스테틱 믹서, 희석시킨 황산을 냉각시키는 수단, 바람직하게는 열 교환기, 무기산을 위한 제 1 공급 노즐과 알칼리 금속 염소산염 및 과산화 수소를 포함하는 수용액을 위한 제 2 공급 노즐이 배치된 반응기를 포함하는데, 여기서 상기 제 1 및 제 2 공급 노즐은 반대편에 있으며, 서로 반대편을 향하고 있고, 상기 반응기에는 또한 이산화염소를 함유하는 생성물 기류를 위한 배출구가 제공된다.

상기 장치의 바람직한 실시예는 공정의 상기 설명 및 도식적 도면에 관한 다음의 설명으로부터 명확하다. 그러나 본원 발명은 도면에 도시된 실시예에 제한되지 않으며, 청구항의 범위안에서 많은 다른 변형을 포함한다.

실시예

도면의 상세한 설명

도 1에 관하여 보면, 예컨대, 90 중량%를 넘는 고농도 및 예컨대, 약 0 내지 약 50°C의 온근한 온도의 황산을 스테틱 믹서(10)에서 물로 희석시켜 65 내지 88 중량%의 농도를 가지는 황산 기류(11)를 수득하고, 희석에 의하여 생성된 열로 인하여 일반적으로 온도는 약 95 내지 약 115°C이다. 희석시킨 황산 기류(11)은 열 교환기(12)로 보내지며, 여기서 바람직하게는 약 95°C 미만의 온도로, 가장 바람직하게는 약 30 내지 약 65°C의 온도로 냉각된다. 냉각된 황산 기류(1)은 이후 수직의 관통형 관모양의 반응기(5)로 공급되고, 또한 염소산 나트륨 및 과산화 수소의 미리-혼합된 수용액도 공급 라인(2)를 통하여 수직의 관통형 관모양의 반응기로 공급된다. 반응기(5)에서 공급 기류는 혼합되고, 반응하여 이산화염소, 산소, 황산 나트륨 및 약간의 잔류 황산 및 염소산 나트륨을 포함하는 액체, 폼 및 기체의 생성물 기류를 형성한다. 추출기(14)는 공급 라인(15)를 통하여 동력용수를 공급하고, 반응기(5)로부터 추출기(14)로 생성물 기류를 밀어내는 대기중보다 낮은 압력을 생성하는데, 여기서 희석된 수성의 생성물 용액을 형성하기 위하여 생성물 기류는 동력용수와 혼합된다. 이러한 희석된 용액은 반응기(5)로부터의 이산화염소 및 다른 성분을 함유하며, 최종 생성물로서 회수된다. 동력용수(15)의 슬립스트림(16)은 열 교환기(12)에서 황산을 위한 냉각 매개물로서 사용된다. 냉각수의 회수(17)를 위한 충분한 추진력을 제공하기 위한 실질적인 방법은 예컨대, 오리피스 플레이트(orifice plate)(도시되지 않음)를 사용하여 라인(16) 및 라인(17) 사이에서 동력용수 기류(15)의 압력 내림을 생성하는 것이다.

도 2 및 도 3에 관하여 보면, 주입부(6)은 반응기(5)의 바닥에 인접하여 배치되고, 황산을 위한 공급 라인(1)에 연결된 제 1 공급 노즐(3)과 염소산 나트륨/과산화 수소 용액을 위한 공급 라인(2)에 연결된 제 2 공급 노즐(4)가 제공된다. 제 1 및 제 2 공급 노즐(3,4)는 반응기(5)의 횡단면의 중심으로부터 실질적으로 동일한 간격에서 서로 반대편에 배치된다. 각각의 노즐(3,4)는 바람직하게는 약 20 내지 약 180도, 가장 바람직하게는 약 60 내지 약 135도의 분사 패턴을 가진다. 바람직하게는 노즐은 액체를 각각의 방향으로 분무하지 않는다. 황산 및 염소산 나트륨/과산화 수소 용액은 반응기(5)의 횡단면의 중심을 향하여 서로 분사된다. 혼합시에, 이산화염소를 생성하는 반응은 시작하고, 액체, 폼 및 기체의 생성물 기류를 생성하는데, 이 기류는 반응기(5)의 상부에 있는 배출구(7)를 통하여 회수되며, 이후 추출기(14)(도 1)로 보내진다.

반응기(5)와 추출기(14)를 포함하는 공정 장치는 적절하게는 과산화 수소, 염소산 나트륨, 황산 및 이산화염소에 저항성인 물질로 제조된다. 이러한 물질은 예를 들어, 유리, 탄탈륨, 티타늄, 화이버글라스(fibreglass) 보강된 플라스틱, PVDF (폴리비닐리덴 플루오라이드), CPVC (클로리네이티드 폴리비닐 클로라이드), PTFE (폴리테트라플루오로 에틸렌), PFA (퍼플루오로 알콕시 폴리머), ECTFE (에틸렌 클로로트리플루오로 에틸렌) 또는 FEP (플루오리네이티드 에틸렌 프로필렌)과 같은 플루오로 플라스틱을 포함한다.

대안적으로, 이러한 물질들은 강철 또는 스테인레스 강철과 같은 구조적 물질에 대하여 라이너 물질(liner material)로 사용될 수도 있다. 적절한 플루오로 플라스틱은 Kynar[®], Teflon[®] 또는 Halar[®] 상표로 판매된다.

도 4는 선행 기술의 배치를 도시한다. 반응기(5) 자체는 도 2의 것과 동일하지만, 화학약품을 공급하는 수단이 다르다. 그러므로 서로에 대하여 반대인 공급 노즐 대신에, 개구가 제공된 분산 디스크(21)가 반응기(5)의 하부에 배치되지만, 황산을 위한 공급 라인(1)의 주입구 위에 배치된다. 미리-혼합된 염소산 나트륨 및 과산화 수소 용액을 위한 공급 라인(2)는 분산 디스크 바로 위의 반응기의 횡단면 중심에 배치된 분산 노즐(20)에서 끝난다. 염소산 나트륨 및 과산화 수소 용액은 이후 반응기(5) 내부의 횡단면 전체에 걸쳐 분사되고, 황산은 분산 디스크(21)의 개구를 통하여 위쪽으로 유동하며, 분산 디스크(21) 위에서 염소산 나트륨 및 과산화 수소와 혼합된다. 혼합시에, 이산화염소를 생성하는 반응을 시작하며, 액체, 폼 및 기체의 생성물 기류를 생성하고, 이 기류는 반응기(5)의 상부에서 배출구(7)를 통하여 회수된다. 그러나 이러한 종류의 배치는 본원 발명의 배치보다 덜 안정한 작업을 제공하는 것으로 밝혀졌다.

본원 발명은 다음의 실시예를 통하여 더욱 설명될 것이다. 다른 언급이 없다면, 모든 부분 및 백분율은 중량에 따른 부분 및 백분율을 의미한다.

실시예: 도 1 내지 3에 기술된 바와 같이 설치된 본원 발명의 공정을 93 중량%의 황산 및 배위 착화제(Purate[®], Eka Chemicals 사) 기초된 인산으로 안정화된 40 중량%의 염소산 나트륨과 10 중량%의 과산화 수소의 수용액을 가지고 작동시켰다. 93 중량%의 황산을 스테틱 믹서(10)에서 78 중량%로 희석시키고, 반응기(5)로 공급하기에 앞서, 열 교환기(12)에서 30℃로 냉각시켰다. 반대편을 향하고 있는 공급 노즐(3,4)는 120도의 분사 패턴을 가지며, 관모양 반응기(5)는 길이 610 mm, 직경 76 mm를 가졌다. 반응기(5)는 50℃의 온도 및 50 kPa의 압력에서 유지되었다. 또한 희석시킨 황산을 냉각시키지 않고 실험하였으며, 이후 반응기(5)로 공급될 때 약 104℃의 온도를 가졌다. 비교로서, 또한 동일한 종류의 반응기를 가지고 공정을 수행하였지만, 황산 및 염소산 나트륨/과산화 수소 용액을 위한 공급 수단이 도 4에 도시된 바와 같이, 즉, 분산 디스크(21) 및 분산 노즐(20)로 제공되었다. 결과는 아래 표에 나타나 있다:

공급 수단	냉각(C)/희석(D)	ClO ₂ 생성(lb/시간)	ClO ₂ 분해 없는 안정한 수행
반대 노즐	C/D	35(15.9 kg/시간)	예
반대 노즐	C/D	8(3.6 kg/시간)	예
반대 노즐	D	35(15.9 kg/시간)	아니오
반대 노즐	D	8(3.6 kg/시간)	아니오
분산 디스크	C/D	35(15.9 kg/시간)	아니오
분산 디스크	C/D	8(3.6 kg/시간)	아니오
분산 디스크	D	35(15.9 kg/시간)	아니오
분산 디스크	D	8(3.6 kg/시간)	아니오

산업상 이용 가능성

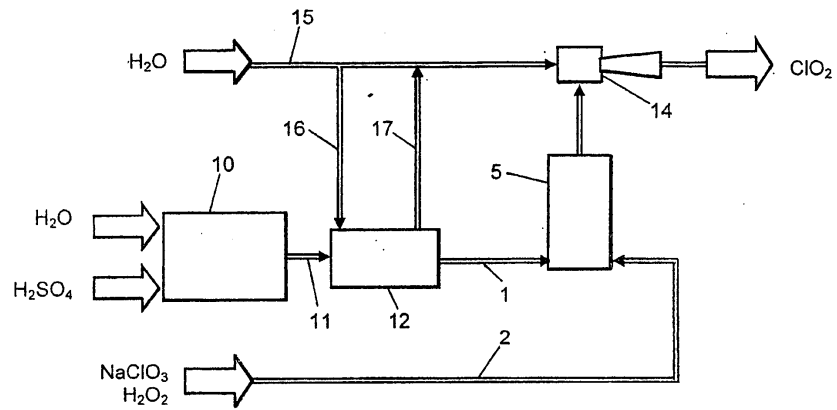
본원 발명은 다음의 단계들을 포함하는 이산화염소의 연속적 제조 공정에 관한다: 약 90 중량%를 넘는 최초 농도의 황산을 물로 희석시키는 단계; 상기 희석시킨 황산을 약 100℃ 이하의 온도로 만드는 단계; 약 100℃ 미만의 온도를 가지는 상기 희석시킨 황산을 제 1 공급 노즐(feeding nozzle)을 통하여 반응기에 공급하는 단계; 알칼리 금속 염소산염(alkali metal chlorate) 및 과산화 수소(hydrogen peroxide)를 포함하는 수용액을 제 2 공급 노즐을 통하여 상기 반응기(5)에 공급하는 단계, 여기서 상기 제 1 및 제 2 공급 노즐(1, 2)는 서로 반대편에 있으며 반대쪽을 향하고 있음; 이산화염소를 함유하는 생성물 기류를 형성하기 위하여 알칼리 금속 염소산염을 무기산 및 과산화 수소와 반응시키는 단계; 및, 반응기로부터 상기 생성물 기류를 회수하는 단계. 본원 발명은 또한 이산화염소 제조 장치에 관한다.

도면의 간단한 설명

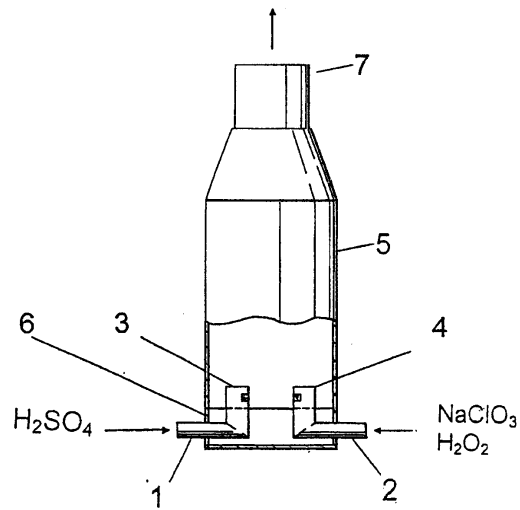
도 1은 본원 발명의 바람직한 공정의 도식적 흐름도이고, 도 2는 본원 발명의 이산화염소 반응기의 측면 구역을 도식적으로 보여주며, 도 3은 반응기를 위한 공급 노즐의 상부 구역을 도식적으로 보여주는 반면, 도 4는 선행 기술의 이산화염소 반응기를 도식적으로 도시한다.

도면

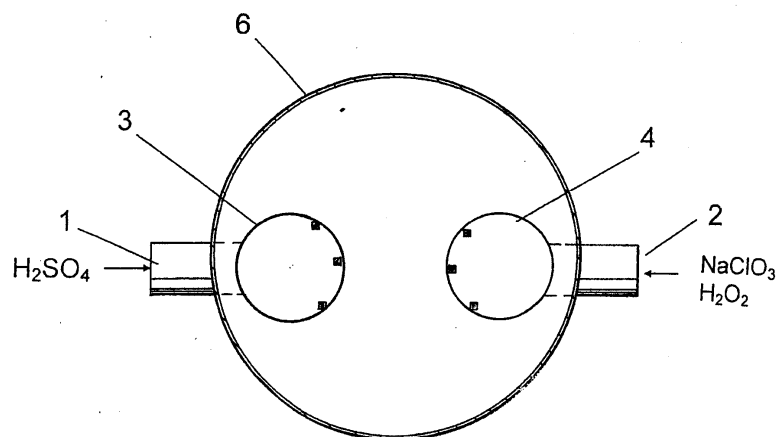
도면1



도면2



도면3



도면4

