

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

OPIS PATENTOWY

68247

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 28.II.1969 (P 132 026)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 30.VI.1973

Kl. 12i,9/06

MKP C01b 9/06

BIBLIOTEKA

Urząd Patentowy

UKB

Współtwórcy wynalazku: Aleksander Szczodry, Leon Rzepka, Stanisław Lasota

Właściciel patentu: Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe „Polskie Odczynniki Chemiczne”, Gliwice (Polska)

Sposób wytwarzania jodków metali alkalicznych lub ziem alkalicznych i urządzenie do stosowania tego sposobu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania jodków metali alkalicznych lub metali ziem alkalicznych z jodu i wodorotlenków i /lub węglanów metali alkalicznych lub ziem alkalicznych w podwyższonej temperaturze w obecności wody i reduktora organicznego oraz urządzenie do stosowania tego sposobu.

Znany jest sposób wytwarzania jodków, opisany w niemieckim opisie patentowym nr 525557, przez ogrzewanie jodu z roztworami wodorotlenków względnie węglanów metali alkalicznych lub ziem alkalicznych w obecności reduktora organicznego, np. takiego jak mrówczany, szczawiany i aldehyd mrówkowy, utleniającego się pod wpływem jodu w środowisku alkalicznym do dwutlenku węgla lub dwutlenku węgla i wody. Sposób ten mimo licznych zalet posiada pewne niedogodności utrudniające w istotnej mierze jego przemysłowe zastosowanie. Redakcja między jodem, a reduktorem przebiega mianowicie nierównomiernie, co wynika ze zmiennej rozpuszczalności jodu w roztworach wodnych. Rozpuszczalność jodu w wodzie jest w zasadzie niewielka, wzrasta jednak znacznie ze wzrostem stężenia jonów jodkowych, dlatego przy małym początkowym stężeniu jonów jodkowych reakcja przebiega wolno, następnie w miarę wzrostu rozpuszczalności jodu prędkość stopniowo wzrasta, a pod koniec, w związku ze zmniejszeniem się stężenia jodu, prędkość reakcji ponownie maleje. Ponieważ reakcja prze-

2

biega z wydzielaniem ciepła i produktów gazowych, w środkowej fazie procesu roztwór gwałtownie wrze i pieni się co powoduje straty roztworu i par jodu. Proces wymaga zatem ścisłej kontroli przez systematyczne regulowanie temperatury względnie odpowiednie dozowanie stałego albo rozpuszczonego jodu lub reduktora. Urządzenie musi ponadto posiadać elementy zapobiegające stratom powstającym wskutek porywania kropeł roztworu i oparów jodu.

Sposobem znanym otrzymuje się czyste roztwory jodków tylko wtedy, gdy stosuje się czysty jod albo też jeśli otrzymany roztwór jodku metalu alkalicznego dodatkowo oczyszcza się. W pierwszym przypadku należy stosować drogi surowiec, w drugim natomiast kosztowne metody oczyszczania powodujące straty produktu zwłaszcza wtedy, gdy surowy jod zawiera zanieczyszczenia organiczne oraz chlor, brom i związki siarki.

Celem wynalazku jest uniknięcie wymienionych niedogodności znanego sposobu.

Sposobem według wynalazku jodki metali alkalicznych lub ziem alkalicznych otrzymuje się przez kontaktowanie jodu w postaci par z wodnym roztworem wodorotlenków i/lub węglanów metali alkalicznych lub metali ziem alkalicznych, zawierającym znany reduktor organiczny, utleniający się w środowisku alkalicznym do dwutlenku węgla lub dwutlenku węgla i wody, ogrzanym do temperatury 50—100°C.

Przeprowadzenie jodu w postać pary umożliwia

jego oczyszczanie, np. przez dodanie do jodu jodków metali alkalicznych wiążących chlor i brom i/lub przez przepuszczanie par jodu przez warstwę węgla aktywnego lub innego czynnika adsorpcyjnego. Odparowanie jodu może zachodzić w jego temperaturze wrzenia. Korzystnie jednak przeprowadza się odparowanie w temperaturze niższej stosując strumień gazu jako czynnik transportujący pary jodu, np. powietrze, parę wodną itp.

Czynnik transportujący jod może równocześnie spełniać rolę środka ogrzewającego jod i/lub roztwór alkaliczny.

Zastosowanie czynnika transportującego umożliwia, w sposób bardzo prosty, regulowanie przebiegu procesu, ponieważ w stałej temperaturze ilość przeniesionego jodu zależy praktycznie tylko od prędkości przepływu czynnika. Urządzenie do stosowania sposobu według wynalazku składa się z odparownika jodu połączonego poprzez filtr i przewód ze zbiornikiem reakcyjnym, na którym nasadzona jest kolumna absorpcyjna do absorbowania nieprzereagowanych par jodu i który to zbiornik zawiera w części górnej przewód do okresowego doprowadzania roztworu alkalicznego, a w części dolnej przewód połączony poprzez pompę z przewodem do recyrkulowania mieszaniny reakcyjnej poprzez kolumnę absorpcyjną do zbiornika, przy czym przewód zaopatrzony jest w trójdrożny zawór, poprzez który bocznym przewodem okresowo odprowadza się produkt reakcji.

Urządzenie to przedstawiono na załączonym rysunku, na którym odparownik oznaczono cyfrą 1. Odparownik jodu jest ogrzewany przeponowo za pośrednictwem płaszcza grzejnego 2. Przez pokrywę odparownika do środka wprowadzony jest przewód 3 doprowadzający gaz nośny.

Pokrywa posiada właz 4, przez który okresowo załadowuje się odparownik jodem, oraz połączenie z filtrem 5 wypełnionym substancjami adsorpcyjnymi. Przewód 6 łączy odparownik poprzez filtr adsorpcyjny z aparatem kontaktującym składającym się ze zbiornika 7, oraz wypełnionej kolumny absorpcyjnej 8. Z pokrywą zbiornika 7 łączy się przewód 9 służący do okresowego napełniania zbiornika roztworem wodorotlenków i/lub węglanów metali alkalicznych lub metali ziem alkalicznych. Z dolnej części zbiornika wyprowadzony jest przewód 10, przez który przepływa roztwór znajdujący się w zbiorniku utrzymywany w ciągłym obiegu za pomocą pompy 11 i przesyłany przez przewód 12 i kolumnę absorpcyjną, do zbiornika 7. Trójdrożny zawór 13 i przewód 14 umożliwiają okresowe odprowadzenie ze zbiornika powstającego roztworu jodku metalu alkalicznego lub metalu ziem alkalicznych. Zbiornik 7 jest ogrzewany lub chłodzony przeponowo za pomocą płaszcza 15.

Kolumna 8 aparatu kontaktującego posiada elementy rozwijające powierzchnię zetknięcia par jodu i alkalicznego roztworu redukującego jod.

Urządzenie do stosowania sposobu według wynalazku pracuje w sposób periodyczny. Alkaliczny roztwór zawierający odpowiednią ilość organicznego reduktora nasycany jest parami jodu aż do

punktu równoważnikowego np. przez recyrkulację wycieku z kolumny absorpcyjnej.

Przykład. Do odparownika 1 wysypuje się 500 kg jodu technicznego zmieszanego z 10 kg jodku potasowego. Równocześnie do zbiornika 7 wlewa się roztwór 165 kg mrówczanu potasowego i 110 kg wodorotlenku potasowego w 600 kg wody, ogrzewa do 80°C po czym przez uruchomienie pompy 11 rozpoczyna zraszanie tym roztworem kolumny absorpcyjnej 8. Następnie ogrzewa się odparownik 1 za pomocą płaszcza grzejnego 2 do temperatury 80°C i wprowadza przez przewód 3 z szybkością 40 l/minutę powietrze ogrzane do temperatury 80°C w celu przetransportowania odparowanego jodu do aparatu kontaktującego. W aparacie kontaktującym jod redukuje się całkowicie do jodku potasowego alkalicznym roztworem mrówczanu potasowego.

Powietrze i powstający w wyniku utlenienia mrówczanu potasowego dwutlenek węgla ulatniają się swobodnie ze szczytu kolumny. Temperaturę reagującego roztworu utrzymuje się około 80°C, chłodząc w miarę potrzeby zbiornik 7 za pomocą płaszcza 15. Po odparowaniu całej ilości jodu, w ciągu 30 godzin, uzyskany roztwór jodku potasowego odprowadza się przez przewód 14 i poddaje dalszemu przerobowi w znany sposób uzyskując 620 kg produktu — jodku potasowego gatunku „czysty do analiz”.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania jodków metali alkalicznych lub ziem alkalicznych z jodu i roztworu wodnego wodorotlenków i/lub węglanów, zawierającego reduktor organiczny utleniający się jodem w środowisku alkalicznym do dwutlenku węgla lub dwutlenku węgla i wody, **znamienny tym**, że jod przeprowadza się w stan pary, którą po ewentualnym oczyszczeniu kontaktuje się roztworem alkalicznym takim jak wodorotlenki i/lub węglany metali alkalicznych lub ziem alkalicznych, zawierającym reduktor organiczny w temperaturze 50—100°C.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że do jodu przed odparowaniem dodaje się substancje wiążące zawarte w nim zanieczyszczenia np. jodek potasu i/lub pary jodu w celu oczyszczenia od zanieczyszczeń lotnych przepuszcza się przez warstwę czynnika adsorpcyjnego, korzystnie takiego jak węgiel aktywny, sita molekularne.

3. Urządzenie do stosowania sposobu według zastrz. 1,2, **znamiennie tym**, że składa się z odparownika jodu (1) połączonego poprzez filtr (5) i przewód (6) ze zbiornikiem reakcyjnym (7) na którym nasadzona jest kolumna absorpcyjna (8) do absorbowania nieprzereagowanych par jodu i który to zbiornik zawiera w części górnej przewód (9) do okresowego doprowadzania roztworu alkalicznego, a w części dolnej przewód (10) połączony poprzez pompę (11) z przewodem (12) do recyrkulowania mieszaniny reakcyjnej poprzez kolumnę absorpcyjną (8) do zbiornika (7), przy czym przewód (12) zaopatrzony jest w trójdrożny zawór (13) poprzez który przewodem (14) okresowo odprowadza się produkt reakcji.

