

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

OPIS PATENTOWY

115 864

Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 30.09.77 (P. 201232)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 21.05.79

Opis patentowy opublikowano: 31.08.1982

Int. Cl.³ C07C 55/07

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórcy wynalazku: Jan Perkowski, Jerzy Wasilewski, Marian Łuczak,
Antoni Płoszaj, Werner Kuszka, Lucjan Kierat,
Wojciech Balcerowiak, Edward Rubaj, Hanna Hauke,
Tadeusz Kurdziel

Uprawniony z patentu: Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej „Bla-
chownia”, Kędzierzyn-Koźle (Polska)

Reaktor do ciągłego wytwarzania szczawianu sodowego

1

Przedmiotem wynalazku jest reaktor do ciągłego wytwarzania szczawianu sodowego przez termiczny rozkład mrówczanu sodowego.

Z informacji zamieszczonych w wydawnictwach encyklopedycznych Kirk-Othmer „Encyclopedia of the Chemical Technology” wyd. Intersc. Publ. J. Wiley and Sons, Nowy York 1967, tom 14, str. 362 oraz „Ullmans Encyclopädie der technischen Chemie” wyd. Urban und Schwarzenberg, München-Berlin, 1962, tom 13, str. 52, znane są ogólne zasady przebiegu procesu rozkładu termicznego mrówczanu sodu do szczawianu sodu. Z opisu patentowego ZSRR nr 362 812 znany jest sposób wytwarzania szczawianu sodu przez termiczny rozkład mrówczanu sodowego w skali laboratoryjnej, prowadzony okresowo w temperaturze 400—420°C przy użyciu metylanu sodu jako katalizatora, użytego w ilości 3—15% wagowych.

Z publikacji Chemical Engineering 80 nr 4, February 19, 1973, str. 96—97, wiadomo, że wciąż jeszcze najbardziej rozpowszechnionym w świecie sposobem wytwarzania kwasu szczawowego jest droga, prowadząca przez termiczny rozkład mrówczanu sodowego do szczawianu sodowego i dalsze przekształcenie tego ostatniego produktu do kwasu szczawowego. Według tego źródła termiczny sposób rozkładu mrówczanu sodu do szczawianu sodu obciążony jest wieloma niedogodnościami, takimi jak konieczność manipulacji stałymi

2

materiałami, co utrudnia automatyzację procesu i rzutuje na jego ekonomikę.

W publikowanych źródłach brak jest danych na temat konstrukcji reaktora, natomiast wiadomo, że w starych wytwórniach szczawianu sodu stosowane były reaktory w postaci wanień z pokrywą.

Z zacytowanych wyżej publikacji wynika, że proces termicznego rozkładu mrówczanu sodowego do szczawianu sodowego przebiega w temperaturze około 400°C. Jest to proces odwodornienia, w którym dwie cząsteczki mrówczanu sodowego, odszczepiając w podwyższonej temperaturze atomy wodoru łączą się ze sobą, tworząc trwałą do około 460°C szczawian sodowy. Wiadomo, że dla zapewnienia wymaganej względami ekonomicznymi wydajności szczawianu sodu, konieczne jest dodawanie do mrówczanu sodowego katalizatorów, którymi są np. wodorotlenek sodowy lub metanol sodowy. W praktyce przemysłowej jako katalizator stosuje się jednak głównie wodorotlenek sodowy.

W trakcie przemiany mrówczanu sodowego do szczawianu sodowego tworzy się także jako produkt uboczny węglan sodu i towarzyszy temu wydzielanie się wodoru oraz tlenku węgla.

Reakcja rozkładu mrówczanu sodowego do szczawianu sodowego jest egzotermiczna i po zainicjowaniu przebiega bardzo szybko. Korzystne jest

przy tym stosowanie beztlenowej atmosfery ze względów bezpieczeństwa.

Według znanego powszechnie sposobu termicznego rozkładu mrówczanu sodowego surowiec stapia się powoli i ostrożnie w temperaturze około 250°C unikając starannie przekroczenia temperatury 300°C. Katalizator wprowadza się do mrówczanu sodu przed lub po jego stopieniu. Następnie sposobem zależnym od konstrukcyjnych cech reaktora, ogrzewa się możliwie najszybciej ciekły surowiec do temperatury powyżej 300°C, korzystnie do około 400°. Skutecznym sposobem prowadzącym do szybkiego ogrzania stopionego mrówczanu sodowego może być między innymi zwiększenie intensywności ogrzewania korpusu reaktora, bądź też zanurzenie w ciekłym surowcu gorącej masy metalu o tak dobranej pojemności cieplnej, aby osiągnąć wymagany szybki wzrost temperatury stopionego surowca.

Podwyższenie temperatury inicjuje przebieg gwałtownej, nie dającej się już kontrolować reakcji termicznego rozkładu. Jej cechą charakterystyczną jest zmiana stanu skupienia z ciekłego na stały, gdyż powstający z domieszką węgla sodowego szczawian sodowy jest w warunkach przebiegającego procesu produktem stałym.

Wydzielające się w trakcie przebiegających reakcji rozkładu gazy H_2 oraz CO powodują spęcznienie zestalającej się masy nadając jej strukturę piankową, a w konsekwencji tego objętość produktu wzrasta wielokrotnie w stosunku do objętości surowca.

Utworzony produkt jest gorący, jego temperatura dochodzi do 500°C i stygnie bardzo powoli. Po zakończeniu reakcji każdorazowo trzeba otworzyć reaktor i wyładować gorący produkt, co stwarza poważne zagrożenie obsługi i inne trudności eksploatacyjne. Tak więc, okresowy sposób prowadzenia procesu obciążony jest istotnymi trudnościami i wadami odczuwanymi zwłaszcza przy wielkotonażowej, przemysłowej produkcji. Wady te, to brak możliwości jednorazowego wyprodukowania większych szarż surowego szczawianu sodowego, przekraczających 100 kg, z uwagi na znaczny wzrost objętości produktu i względy bezpieczeństwa, zagrożenia obsługi i instalacji, niebezpieczeństwa wybuchu i zatrucia toksycznych, wynikające z trudności w zapewnieniu hermetyzacji pracującej okresowo aparatury, poza tym z przestrzeni reaktora należy po każdorazowym załadunku wsadu surowca usuwać powietrze, trudności eksploatacyjne związane z wyładowaniem gorącego produktu, jego transportem i przerobem. Wszystkie te niedogodności eliminuje ciągły sposób rozkładania mrówczanu sodowego do szczawianu sodowego w reaktorze według wynalazku.

Istotą wynalazku jest reaktor wyposażony wewnątrz przestrzeni reakcyjnej we wprowadzoną w ruch obrotowy, płytę reakcyjną, usytuowaną w płaszczyźnie poziomej lub odchylonej od płaszczyzny poziomej o kąt do 30°, natomiast tuż nad płytą, zamocowany do obudowy reaktora, znaj-

duje się nóż zgarniający, usytuowany w ten sposób, że jego rzut pionowy na płaszczyznę płyty reakcyjnej leży na jednej z siecznych okręgu, utworzonego przez obwód płyty, nie leżących na średnicy tego okręgu.

Nóż zgarniający produkt z powierzchni płyty reakcyjnej może posiadać dowolną prostą formę geometryczną lub formę wyprofilowaną, dostosowaną funkcjonalnie do warunków pracy i może stanowić układ jedno lub wieloczęściowy. W dnie reaktora w pionie grawitacyjnego opadania produktu reakcji znajduje się kanał do odprowadzania go z przestrzeni reakcyjnej, tak usytuowany, że wlot do kanału znajduje się poniżej płaszczyzny płyty reakcyjnej.

Reaktor według wynalazku, w przykładzie wykonania przedstawiono na rysunku, gdzie fig. 1 ilustruje pionowy przekrój reaktora a fig. 2 widok reaktora z góry po zdjęciu pokrywy.

Główny element reaktora stanowi okrągła płyta stalowa 1, umieszczona nad dnem cylindrycznego metalowego zbiornika. Płyta reakcyjna ogrzewana jest za pomocą umieszczonego w niej grzejnika elektrycznego. Grzejnik zasilany jest prądem doprowadzanym przez obrotowe pierścienie ślizgowe 3, z których przewody biegną do spirali grzejnej przez wydrążoną wewnątrz oś obrotową płyty reakcyjnej 1. Do osi tej wdmuchuje się azot przez nałożony na nią i uszczelniony pierścieniami króciec przesyłowy 4. W ten sposób wokół grzejnika płyty reakcyjnej tworzy się azotowa poduszka, odcinająca dopływ powietrza lub innych gazów nad rozgrzaną spiralę z drutu oporowego.

Azot z poduszki gazowej wydobywa się na zewnątrz do komory reakcyjnej 2 przez kołnierzo-we złożenie spodu i wierzchu płyty reakcyjnej. Natężenie przepływu azotu do wnętrza płyty reakcyjnej mierzy się i kontroluje za pomocą rotametu. Komorę reakcyjną zaopatrzone w króciec 5 dla doprowadzenia także i bezpośrednio do jej wnętrza ewentualnie podgrzanego azotu. W górnej pokrywie komory reakcyjnej znajduje się otwór 6, do dozowania mrówczanu sodowego, króciec 7 do odprowadzania gazów poreakcyjnych i wziernik 8.

Nóż zgarniający 9 zamocowany jest w takim położeniu względem otworu 6 do dozowania surowca, aby po wdozowaniu przebywał on na płycie 2 przez czas odpowiadający około 0,9 pełnego obrotu płyty.

Produkt usuwany przez zgarniacz z płyty reakcyjnej, wypada do szerokiego kanału wyladunkowego 10, znajdującego się w dnie komory reakcyjnej 2. Cały reaktor zamontowano na trójnożnym ciężkim statywie 11 pozwalającym na poziomowanie urządzenia.

Zastrzeżenia patentowe

1. Reaktor do ciągłego wytwarzania szczawianu sodowego przez termiczny rozkład mrówczanu sodowego, składający się z obudowy i dennic, dolnej zaopatrzonej w kanał do odprowadzania sta-

tego produktu oraz górnej wyposażonej w otwór do dozowania surowca, w kanał do odprowadzania gazów oraz we wziernik, **znamienny tym**, że wewnątrz przestrzeni reakcyjnej wyposażony jest w znajdującą się w ruchu obrotowym płytę reakcyjną (1), usytuowaną w płaszczyźnie poziomej lub odchylonej od płaszczyzny poziomej o kąt do 30° oraz zaopatrzony jest w nóż zgarniający (9), przymocowany do obudowy reaktora i usytuowany nad płytą reakcyjną (1) w ten sposób, że jego rzut pionowy na płaszczyznę płyty reakcyjnej (1) leży na jednej z siecznych okręgu, utworzonego przez obwód płyty, nie przechodzących przez jego środek.

2. Reaktor według zastrz. 1, **znamienny tym**, że nóż (9) do zgarniania produktu reakcji z powierzchni płyty reakcyjnej (1) posiada dowolną prostą formę geometryczną lub formę wyprofilowaną, dostosowaną funkcjonalnie do warunków pracy i może stanowić układ jedno- lub wieloczęściowy.

3. Reaktor według zastrz. 1, **znamienny tym**, że kanał (10) do usuwania produktu z przestrzeni reakcyjnej utworzony jest w dnie reaktora, w pionie grawitacyjnego opadania zgarnianego z płyty reakcyjnej (1) produktu a wlot do kanału (10) znajduje się poniżej płaszczyzny płyty reakcyjnej (1).

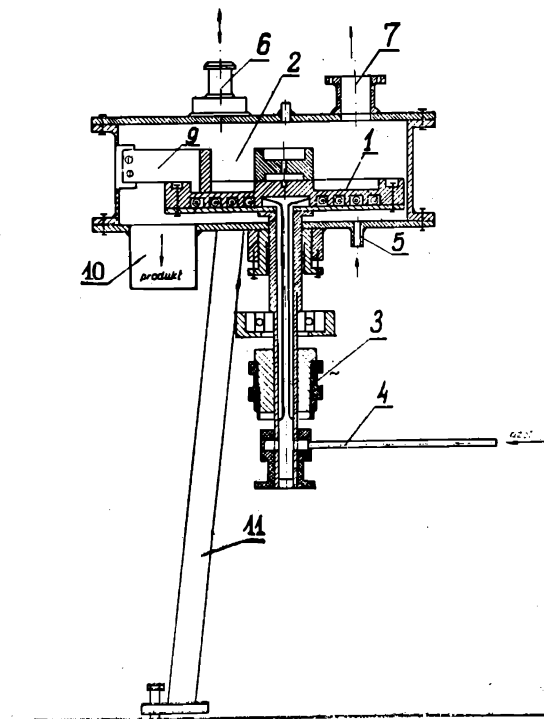


Fig. 1.

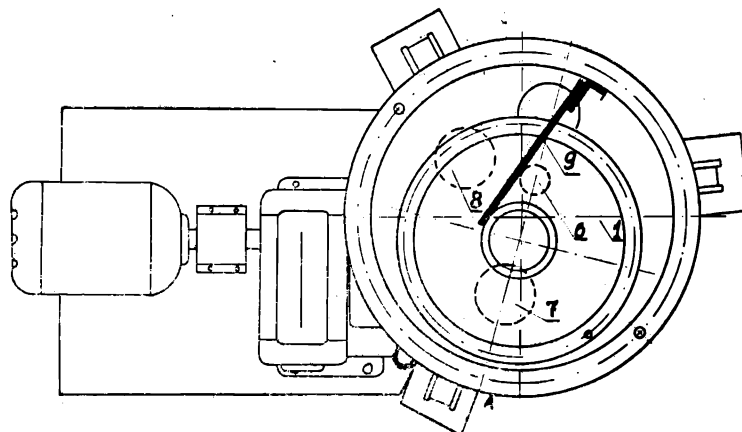


Fig. 2