



Patent dodatkowy
do patentu

Zgłoszono: 18.VI.1964 (P 104 915)

Pierwszeństwo:

Opublikowano: 15.I.1966

Kl. 121, 1/04

MKP C 01 d 1/04

UKD 661.322.1
661.312.1

BIBLIOTEKA

Współtwórcy wynalazku: inż. Tadeusz Białas, mgr Wiesława Górka, mgr
inż. Jan Milianowicz, mgr inż. Zofia Żebracka,
mgr Stanisław Żebracki

Właściciel patentu: Zakłady Azotowe im. F. Dzierżyńskiego, Tarnów
(Polska)

Sposób wytwarzania wodorotlenku sodowego o wysokiej czystości

1

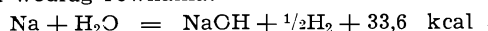
W nowoczesnej technice wodorotlenek sodowy o wysokiej czystości znajduje szerokie zastosowanie na przykład przy otrzymywaniu półprzewodników, w technice jądrowej, w przemyśle elektrochemicznym, przy otrzymywaniu związków chemicznych o wysokiej czystości, w analizie spektrograficznej i wielu innych.

Dotychczas znane są metody otrzymywania wodorotlenku sodowego przez jedno i wielostopniową elektrolizę wodnych roztworów chlorku lub wodorotlenku sodowego, metodą przeponową albo rtęciową.

Uzyskiwany tą drogą wodorotlenek sodowy posiada czystość odczynnikową czysty i czysty do analiz, przy czym ilość zanieczyszczeń wynosi 1.10^{-3} — 1.10^{-40} % wagowych.

Stwierdzono, że sposobem według wynalazku można uzyskać wodorotlenek sodowy o wysokiej czystości o zanieczyszczeniach śladowych w granicach 1.10^{-5} — 1.10^{-60} % wagowych działaniem sodu metalicznego oczyszczonego w odpowiedni sposób na wodę dejonizowaną.

W sposobie według wynalazku wykorzystuje się znaną reakcję między sodem i wodą, która prowadzi do uzyskania wodorotlenku sodowego i wodoru według równania:



Przy oczyszczaniu sodu metalicznego stosuje się znane zabiegi przemylwania, filtrowania i destylacji z tym jednak, że dla każdej z tych operacji

2

opracowano ściśle określone warunki, które decydują o pożądanym stopniu oczyszczenia sodu.

Sód metaliczny przemylwa się rozpuszczalnikiem organicznym na przykład ksylenem lub benzenem, następnie stapia w temperaturze około 130°C , filtruje od zanieczyszczeń przez siatkę korzystnie o ilości około 4500 oczek/cm² przy użyciu azotu lub argonu sprężonego do ciśnienia około 0,2 atn. Następnie sód oddestylowuje się w kolumnie destylacyjnej pod zmniejszonym ciśnieniem rzędu 0,02—0,05 mm Hg w temperaturze 420 — 550°C . Korzystne jest przy tym zachowanie w dolnej części kolumny temperatury 480 — 550°C , najkorzystniej 510°C , zaś w górnej części temperatury 420 — 500°C , najkorzystniej 470°C .

Destylacja ma na celu usunięcie zanieczyszczeń: magnezu, żelaza, niklu, miedzi, cynku i innych zawartych w sodzie metalicznym. Dzięki temu, że między dolną a górną częścią destylatora panuje różnica temperatur, pojawia się refluks, co poprawia rezultat destylacji.

Z tak oczyszczonego sodu wytwarza się w reaktorze wodorotlenek sodowy.

Jakkolwiek sposób według wynalazku stosuje się do wytwarzania wodorotlenku sodowego o wysokiej czystości, niemniej oczyszczony powyższym sposobem sód metaliczny może być po schłodzeniu zastosowany w technice jądrowej.

Reaktor w początkowej fazie wypełnia się wodą dejonizowaną i doprowadza się oczyszczony powyż-

szym sposobem sól metaliczny do momentu uzyskania stężenia NaOH około 20—60%, najkorzystniej 40%, po czym, przy równoczesnym odprowadzaniu produktu zawartość reaktora uzupełnia się sodem metalicznym i wodą, przy czym w czasie reakcji reaktor przedmuchuje się azotem lub argonem. Dozując wodę dejonizowaną i sól do 40%-wego roztworu NaOH zapewnia się w reaktorze najbardziej wydajną i bezpieczną pracę reaktora. Przy działaniu sodu na wodę reakcja wymaga niższych temperatur i często powoduje wybuchy

Reaktor ponadto zaopatrzony jest w urządzenie do odbioru ciepła reakcji tak, aby temperatura wewnątrz reaktora mogła być utrzymana w granicach 25°C, oraz przewód do odprowadzania wodoru i azotu, które mogą być wykorzystane w sposób przemysłowy lub laboratoryjny. Skład gazu wychodzącego z reaktora wynosi około 60% H₂ i 40% N₂.

Na rysunku uwidoczniono przykładowe rozwiązanie sposobu według wynalazku.

Sól metaliczny przechowywany w oczyszczalniku 2 przemywa się rozpuszczalnikami organicznymi na przykład ksylenem lub benzenem. Rozpuszczalnik po przemyciu odpuszcza się przy pomocy dolnego zaworu a zawartość oczyszczalnika ogrzewa się do temperatury 120—140°C.

Opary rozpuszczalnika odbiera się pod zmniejszonym ciśnieniem rzędu 1—5 mm Hg i absorbuje w kolumnie 1, która wypełniona jest węglem aktywnym. Po usunięciu par rozpuszczalnika stopiony sól filtruje się przez siatkę ze stali 1H18N9T, posiadającą około 4500 oczek/cm², przy użyciu azotu lub argonu sprężonego do ciśnienia około 0,2 atn. Filtrowanie stopionego sodu ma na celu usunięcie wodorotlenków, tlenków i węglanu sodu, które pozostają na siatce.

Sól po przefiltrowaniu wprowadza się do kolumny destylacyjnej 3, którą ogrzewa się za pomocą grzejnika elektrycznego, tak, aby w dolnej jej części uzyskać temperaturę 480—550°C najkorzystniej 510°C, a w górnej części temperaturę 420—500°C najkorzystniej 470°C.

Destylację sodu prowadzi się pod ciśnieniem zmniejszonym rzędu 0,02—0,05 mm Hg.

Po destylacji sól magazynuje się w odbieralniku 4, który ogrzewa się również za pomocą grzejnika elektrycznego do temperatury 120—140°C. Małe ilości par sodu niekondensujące w odbieralniku wychładza się w wymrażalniku 8 w celu ochrony pompy próżniowej.

Z odbieralnika sól przelewa się do pionowego dozownika 5, z którego wykrapla się do reaktora 6. Dozownik ogrzewa się do temperatury 120—140°C.

Reaktor w początkowej fazie wypełnia się wodą dejonizowaną wysokiej czystości ze zbiornika 7 i wkrapla sól z dozownika 5. Po uzyskaniu w reaktorze stężenia NaOH około 20—60% najkorzystniej 40%, gotowy produkt odbiera się w sposób ciągły przez zamknięcie syfonowe a do reaktora dozuje się równocześnie wodę dejonizowaną wysokiej czystości i sól oczyszczony.

Reaktor przedmuchuje się cały czas azotem lub argonem dla usunięcia w pierwszej fazie tlenu z reaktora, a następnie dla zachowania w czasie reakcji atmosfery beztlenowej. Wewnątrz reaktora utrzymuje się temperaturę około 25°C.

Wodorotlenek sodowy otrzymany sposobem według wynalazku zawiera śladowe zanieczyszczenia: K, Mg, Fe, Ni, Cu, B, Al, Zn, Pb w granicach 1.10⁻⁵—1.10⁻⁶⁰% wagowych. Przechowuje się go w naczyniach z politetrafluoroetylenem lub polietylem wysokociśnieniowego uprzednio wytrawianych.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania wodorotlenku sodowego o wysokiej czystości, działaniem oczyszczonego sodu metalicznego na wodę dejonizowaną, **znamienny tym**, że sól metaliczny przemyty rozpuszczalnikami organicznymi, a następnie stopiony w temperaturze około 130°C i przefiltrowany od zanieczyszczeń przez siatkę korzystnie o ilości około 4.500 oczek/cm² w atmosferze azotu lub argonu sprężonego do ciśnienia około 0,2 atn i następnie oddestylowany pod ciśnieniem zmniejszonym rzędu 0,02—0,05 mm Hg w temperaturze 420—550°C, doprowadza się do reaktora wypełnionego wodą dejonizowaną do momentu uzyskania stężenia wodorotlenku sodowego około 20—60%, najkorzystniej 40%, po czym przy równoczesnym odprowadzaniu produktu zawartość reaktora uzupełnia się sodem metalicznym i wodą, przy czym w czasie reakcji reaktor przedmuchuje się azotem lub argonem utrzymując temperaturę około 25°C.
2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że destylację sodu metalicznego prowadzi się w kolumnie destylacyjnej zachowując w dolnej części kolumny temperaturę 480—550°C, najkorzystniej 510°C, zaś w górnej części temperaturę 420—500°C najkorzystniej 470°C.

