

Warszawa, 18 stycznia 1938 r.

URZĄD PATENTOWY



CO16 15/02

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ OPIS PATENTOWY

Nr 25690.

Kl. ~~12 i, 16.~~

Naamlooze Vennootschap Industriele Maatschappij
v. h. Noury & Van der Lande
(Deventer, Niderlandy).

12 i, 15/02

Sposób wytwarzania nadtlenu wodoru.

Zgłoszono 6 kwietnia 1936 r.

Udzielono 28 października 1937 r.

Pierwszeństwo: 6 grudnia 1935 r. dla zastr. 1; 12 kwietnia 1935 r. dla zastr. 2 (Niderlandy).

Znane są różne sposoby wytwarzania nadtlenu wodoru przez ogrzewanie roztworów nadsiarczanów, kwasu nadsiarkowego i t. d.

Według jednego sposobu kwaśny roztwór nadsiarczanu przeprowadza się w próżni przez ogrzewane rury wdmuchując ewentualnie parę wodną.

Próbowano również rozpylać roztwór w naczyniu próżniowym za pomocą przegrzanej pary wodnej, przy czym naczynie ogrzewano od wewnątrz lub od zewnątrz. Doprowadzano przy tym parę, której temperatura jest stosunkowo niska, a w każdym razie nie przekracza 300°C.

W sposobach tych roztwór nadsiarczanu

(kwasu nadsiarkowego) styka się z ogrzewaną powierzchnią, zwykle powierzchnią ołowiową, co wskutek działania katalitycznego powoduje straty czynnego tlenu.

Okazało się, że przy zastosowaniu środków ogrzewających o temperaturze, przekraczającej 300°C, najlepiej 500 — 525°, można znacznie zwiększyć zarówno szybkość hydrolizy, jak również szybkość usuwania nadtlenu wodoru z mieszaniny reakcyjnej.

Nadtlenek wodoru uchodzi natychmiast z mieszaniny reakcyjnej w postaci pary i może być skraplany w zwykły sposób przy ciśnieniu obniżonym.

Stosowanie wysokiej temperatury pary

nie powoduje żadnych strat czynnego tlenu, mimo że nadsiarczan, jak również kwas nadsiarkowy, kwas Caro i dwutlenek wodoru szybko rozkładają się w temperaturze podwyższonej.

Sposób według wynalazku posiada ponadto tę zaletę, że hydroliza odbywa się tak szybko, iż wystarczy mała przestrzeń reakcyjna, i że ciepło potrzebne do reakcji może być doprowadzone przy pomocy małej ilości pary, wskutek czego nadtlenek wodoru otrzymuje się od razu w stanie stężonym.

Zamiast pary, ogrzanej do 300° — 600°C, można zastosować gaz obojętny, ogrzany do tej temperatury, np. powietrze, tlen, azot albo mieszaninę ogrzanej pary i gazu obojętnego.

Najlepiej jest przeprowadzać sposób według wynalazku w przyrządach z kwarcu.

Wymiary przestrzeni lub rury, w której odbywa się reakcja, i szybkość doprowadzania cieczy i pary lub gazu, jak również temperatura pary lub gazu, winny być odpowiednio dobrane.

Reakcja winna być przeprowadzana pod ciśnieniem zmniejszonym. Ciśnienie w aparacie, mierzone przy wylocie gazu i cieczy, może się wahać między 1 i 10 cm słupa rtęci. Należy stosować ciśnienie możliwie niskie.

Oddzielanie par od pozostałości destylacyjnej można przeprowadzać za pomocą kolumn z przegrodami lub pierścieniami Raschig'a, cyklonów lub podobnych urządzeń.

Ciecz przed doprowadzeniem do aparatu można podgrzać do temperatury 50° — 100°C, najlepiej 85° — 95°C. W tym przypadku można doprowadzać do aparatu mniejszą ilość ciepła, wskutek czego doprowadza się mniejszą ilość środka ogrzewającego albo stosuje środek ogrzewający o niższej temperaturze.

Skład roztworów do wytwarzania nad-

tlenku wodoru może wahać się w szerokich granicach.

Stężenie nadsiarczanu amonu może wynosić 100 do 200 g na litr, zawartość kwasu siarkowego 200 do 900 g na litr, a stężenie siarczanu amonu do 400 g na litr.

Przy użyciu roztworu kwasu nadsiarkowego stężenie $H_2S_2O_8$ może wynosić 100 do 300 g na litr, a stężenie kwasu siarkowego 150 do 250 g H_2SO_4 na litr.

Aczkolwiek roztwory o powyższym składzie umożliwiają osiągnięcie najlepszych wyników, można sposób według wynalazku przeprowadzać stosując roztwory, których skład znajduje się poza tymi granicami.

Para przegrzana lub gaz może służyć jednocześnie do doprowadzania cieczy do aparatu i do rozpylania jej. Stosując odpowiednią ilość i temperaturę gazu lub pary można w ten sposób doprowadzić całą potrzebną ilość ciepła, wobec czego przenoszenie ciepła przez ściany aparatu jest niepotrzebne.

W tym przypadku można ściany aparatu wykonać z materiału nie działającego katalitycznie rozkładająco na związki zawierające czynny tlen, dzięki czemu większa się wydajność urządzenia.

Przykład I. W aparaturze kwarcowej działa się przy ciśnieniu obniżonym na roztwór wodny, zawierający 300 g kwasu siarkowego i 200 g nadsiarczanu amonu na litr, parą ogrzaną do 525°C, przy czym doprowadza się 1 kg roztworu na 2 kg pary. Powstający nadtlenek wodoru szybko uchodzi z mieszaniny reakcyjnej i skrapla się w zwykły sposób.

Przykład II. Elektrolitycznie wytworzony roztwór, zawierający na litr 200 g nadsiarczanu amonu, 200 g siarczanu amonu i 180 g kwasu siarkowego, rozpyla się parą ogrzaną do 375° pod ciśnieniem 4 atm w rurze kwarcowej w stosunku 1 litr elektrolitu na 4 kg pary.

Po wyjściu z rury kwarcowej rozdzie-

ła się składniki gazowe i ciekłe w zbiorniku wytrzymałym na działanie kwasów, po czym składniki gazowe skrapla się przez skraplanie frakcjonowane na nadtlenek wodoru o odpowiednim stężeniu.

Przykład III. Roztwór wytworzony elektrolitycznie, zawierający na litr 200 g nadsiarczuanu amonu i 300 g kwasu siarkowego, rozpyła się parą ogrzaną do 525°C pod ciśnieniem 4 atm w rurze kwarcowej stosując 1 litr elektrolitu na około 2 kg pary.

W dalszym ciągu postępuje się według przykładu II.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania nadtlenu wodoru przez ogrzewanie roztworów nadsiar-

czanów lub kwasu nadsiarkowego, znamieny tym, że na roztwory te działa się bezpośrednio parą wodną lub gazem obojętnym względnie ich mieszaniną, ogrzaną do temperatury 300° do 600°C.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że roztwory rozpyla się bezpośrednio parą wodną ogrzaną do temperatury 300° do 600°C.

3. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że roztwory ogrzewa się do temperatury najwyżej 100°C przed poddawaniem ich bezpośredniemu działaniu pary.

Naamlooze Vennootschap
Industrieele Maatschappij
v. h. Noury & Vander Lande.

Zastępca: Inż. F. Winnicki,
rzecznik patentowy.