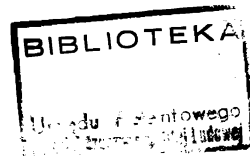
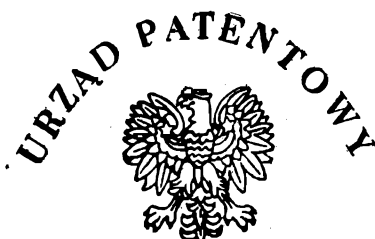


Opublikowano dnia 16 grudnia 1957 r.



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr. 40466

120, 21/14
Kl. 121, 30

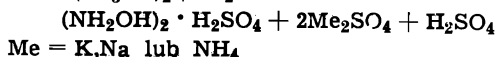
VEB Leuna - Werke „Walter Ulbricht”

Leuna, Niemiecka Republika Demokratyczna

Sposób wytwarzania roztworu siarczanu hydroksyloaminy i urządzenie do stosowania tego sposobu

Patent trwa od dnia 7 marca 1956 r.

Jest rzeczą znaną, że sole metali alkalicznych lub sole amonowe kwasu hydroksyloaminodwusulfonowego w roztworach wodnych przez ogrzewanie do wyższych temperatur dają się przeprowadzić do siarczanu hydroksyloaminy i odpowiednich siarczanów lub kwaśnych siarczanów metali według następującego równania



Ta reakcja, nazywana dalej hydrolizą, osiągnęła duże znaczenie przy wytwarzaniu siarczanu hydroksyloaminy. Proces ten na skalę wielkotechniczną naogół prowadzi się w ten sposób, że wodne roztwory soli kwasu hydroksyloaminodwusulfonowego najpierw ogrzewa się do osiągnięcia dostatecznie wysokiego stopnia hydrolizy, a następnie z powrotem studzi się je do temperatury otoczenia.

Stwierdzono, że roztwory siarczanu hydroksyloaminy można otrzymywać w sposób szczegól-

nie celowy i ekonomiczny, jeśli wykorzystywać ciepło reakcji wydzielające się w czasie hydrolizy soli kwasu hydroksyloaminodwusulfonowego do utrzymywania w biegu reakcji bez dalszego doprowadzania ciepła, a poza tym proces prowadzić w sposób ciągły w aparaturze zbudowanej z materiału, odpornego na występujące silne działanie korodujące.

Do tego celu, a zwłaszcza do budowy wymiennika ciepła, podgrzewacza i chłodnicy okazało się najbardziej przydatne sztuczne tworzywo o dużej zawartości grafitu, jak np. iguryt.

Przebieg tego procesu wyjaśnia bliżej załączony schematyczny rysunek.

Ze zbiornika z surowcem 1 tłoczy się w sposób ciągły wodny roztwór soli kwasu hydroksyloaminodwusulfonowego za pomocą porcelanowej pompy 2 przez wymiennik ciepła 3 i przez ogrzewany parą podgrzewacz 4 do obmurowanego wewnątrz zbiornika 5 do hydrolizy.

Nadmiar roztworu można skierować za pomocą kranu 6 przez przewód boczny.

Ze zbiornika 5 zhydrolizowany roztwór w sposób ciągły spływa poprzez syfon z powrotem do wymiennika 3, skąd przechodzi do obmurowanego wewnątrz naczynia zbiorczego 7.

Ponieważ w czasie hydrolizy soli kwasu hydroksyloaminodwusulfonowego druga sulfo-grupa odszczepia się bardzo powoli, należy zastosować tak duży zbiornik 5, aby zabezpieczyć dostatecznie długi czas przebywania w nim roztworu. Celowe jest umieścić zbiornik tak wysoko, aby osiągnąć ciśnienie hydrostatyczne do automatycznego przejścia roztworu do zbiornika 7.

Wszystkie przewody tej aparatury są porcelanowe, a tam, gdzie na to pozwala temperatura stosuje się przewody igelitowe.

Wymiennik ciepła 3, podgrzewacz 4 i chłodnica 8 są według wynalazku zrobione ze sztucznego tworzywa — igurytu. W sposobie według wynalazku wykorzystuje się więc wyzwolone ciepło reakcji do utrzymywania w biegu raz rozpoczętej reakcji hydrolizy, bez dalszego doprowadzania ciepła.

W tym celu wymiennik ciepła 3 musi być tak zbudowany, aby wprowadzona ilość ciepła gorącego roztworu siarczanu hydroksyloaminy spływającego ze zbiornika 5 mogła być oddana jak najdokładniej w przeciwnym kierunku zimnemu roztworowi soli kwasu hydroksyloaminodwusulfonowego, doprowadzonemu ze zbiornika 1.

W czasie hydrolizy wydzielą się tyle wolnego ciepła, że wystarcza ono do utrzymania biegu reakcji.

Podgrzewacz 4 ogrzewa się parą tak długo, dopóki roztwór spływający ze zbiornika 5 nie ogrzeje się dostatecznie, ażeby zapoczątkować reakcję w wymienniku ciepła 3.

Gdy to nastąpi przerywa się doprowadzanie pary do podgrzewacza 4 i roztwór przez przedstawienie zaworów 9 i 10 doprowadza się przez boczny przewód bezpośrednio do zbiornika 5. Uwidocznioną na rysunku chłodnicę 8 używa się w przypadku zatrzymywania aparatury, aby zawartość zbiornika przy opróżnianiu go, można było ostudzić.

Otrzymany według wynalazku roztwór siarczanu hydroksyloaminy może być używany bezpośrednio do oksymowania ketonów lub do wytwarzania siarczanu hydroksyloaminy w postaci stałej.

Przykład. 3300 litrów roztworu, zawierającego 173—187 g w litrze soli amonowej kwasu hydroksyloaminodwusulfonowego, o temperaturze 1°—5°C, tłoczy się do wymiennika ciepła i ogrzewa w przeciwnym kierunku gorącym roztworem siarczanu hydroksyloaminy w temperaturze 90°—95°C.

Mieszaninę reakcyjną o tej temperaturze wprowadza się do zbiornika do hydrolizy, gdzie na skutek wydzielającego się ciepła następuje dalsze podnoszenie się temperatury do 100°—104°C. Czas przebywania mieszaniny w zbiorniku do hydrolizy wynosi 4 godziny.

Gorący zhydrolizowany roztwór doprowadza się z powrotem do wymiennika ciepła i tam w przeciwnym kierunku z zimnym produktem wyjściowym ochładza się do temperatury 20°—25°C.

Otrzymany roztwór zawiera 125—130 g/l siarczanu hydroksyloaminy.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania roztworu siarczanu hydroksyloaminy, przez hydrolizę roztworu soli kwasu hydroksyloaminodwusulfonowego, znamienny tym, że ciepło powstające w czasie hydrolizy wykorzystuje się do prowadzenia reakcji metodą ciągłą, bez dalszego doprowadzania ciepła.
2. Urządzenie do stosowania sposobu według zastrz. 1, znamienne tym, że posiada wymiennik ciepła 3, podgrzewacz 4 i chłodnicę 8 wykonane z tworzywa sztucznego o dużej zawartości grafitu, a pozostałe części aparatury, zależnie od wymagań z mniej lub bardziej odpornego materiału.

VEB Leuna-Werke

„Walter Ulbricht”

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych

