

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

56608

Patent dodatkowy
do patentu _____

Kl. 12 i, 21/14

Zgłoszono: 06.VIII.1966 (P 116 033)

Pierwszeństwo: _____

MKP C 01 b 21/14

Opublikowano: 10.XII.1968

UKD

Współtwórcy wynalazku: Łucja Matuszewska, Julia Tomaszewska
Właściciel patentu: Zakłady Azotowe im. Pawła Findera, Chorzów
(Polska)

Sposób wytwarzania soli hydroksyloaminy

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania soli hydroksyloaminy drogą katalitycznej redukcji tlenu azotu wodorem w środowisku kwasu mineralnego.

Znany jest sposób wytwarzania soli hydroksyloaminy na drodze redukcji tlenu azotu wodorem w środowisku kwasu mineralnego w obecności katalizatora platynowego. Wiadomo przy tym, że na czas pracy katalizatora i przebieg procesu korzystnie wpływa uprzednie traktowanie stosowanego kwasu mineralnego utleniaczami, jak na przykład KMnO_4 , HNO_3 i tym podobnym.

Sposób ten posiada szereg niedogodności, gdyż wymaga oczyszczania wodoru i tlenu azotu oraz przygotowania kwasu z dodatkiem minimalnych ilości utleniaczy.

Działanie aktywujące utleniaczy w trakcie prowadzenia procesu jest krótkotrwałe, gdyż działają one tylko w początkowym okresie prowadzenia procesu, ponieważ w warunkach reakcji same ulegają redukcji.

Stwierdzono, że niedogodności tych można uniknąć, jeżeli wytwarzanie soli hydroksyloaminy przez redukcję katalityczną w środowisku kwasu mineralnego przeprowadzi się w obecności małych ilości tlenu lub innych gazowych nośników tlenu. Jako gazy zawierające tlen oraz nośniki tlenu stosuje się surowiec (tlenek azotu) zanieczyszczony wyższymi tlenkami azotu tlenem i (lub) wodór zanieczyszczony tlenem.

2

W przypadku dysponowania czystymi surowcami należy do procesu doprowadzić pewne niewielkie ilości tlenu lub NO_2 .

Okazało się, że minimalne ilości tlenu lub innych nośników tlenu wprowadzane z gazami do środowiska reakcji wpływają aktywująco na katalizator w ciągu całego przebiegu procesu, co przedłuża czas jego pracy i zwiększa jego aktywność. Następnym tak prowadzonego procesu jest to, że katalizator zachowuje swoją aktywność przez dłuższy okres czasu w stosunku do poprzedniego sposobu (około 100 g NO przereagowuje na 1 g platyny w ciągu godziny), wykazując wysoką selektywność w kierunku otrzymywania hydroksyloaminy. Oprócz tego sposób według wynalazku pozwala na zaniechanie względnie ograniczenie stosowanych dotąd operacji oczyszczania substratów.

Przykład. Do reaktora chłodzonego wodą, w którym znajdowało się 4 litry 12% kwasu siarkowego z katalizatorem platynowym wprowadzono przy intensywnym mieszaniu, mieszaninę NO zanieczyszczoną 1,2% NO_2 w ilości 75 l/h i H_2 150 l/h.

Temperatura reakcji wynosiła 40°C . Po zakończeniu procesu roztwór poreakcyjny zawierał 1,0% wolnego H_2SO_4 , przy czym wydajność z 1 m³ roztworu reakcyjnego wynosiła 44 kg $(\text{NH}_2\text{OH})_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$ /1 m³ roztworu/godzinę.

3

Katalizator odsączono z roztworu poreakcyjnego i ponownie zawrócono do procesu, dodając świeżą porcję kwasu. Czynności te powtarzano pracując cyklicznie przez 4 miesiące. Przez cały ten czas katalizator zachował swoją aktywność.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania soli hydroksyloaminy przez katalityczną redukcję tlenku azotu wo-

5

10

4

dorem w środowisku rozcieńczonego kwasu mineralnego, **znamienny tym**, że proces prowadzi się w obecności gazów zawierających niewielkie ilości tlenu lub gazowych nośników tlenu w postaci wyższych tlenków azotu.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako gazy zawierające tlen oraz nośniki tlenu stosuje się sam tlenek azotu zanieczyszczony wyższymi tlenkami azotu lub tlenem i (lub) wodór zanieczyszczony tlenem.