

3 lutego 1930 r.

2

URZĄD PATENTOWY



C016 15/02

## RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ OPIS PATENTOWY

Nr 11180.

Kl. ~~12 i 16~~  
12, 15/02

The Roessler & Hasslacher Chemical Company  
(New York, N. Y., Stany Zjednoczone Ameryki).

### Sposób wyrobu nadboranów.

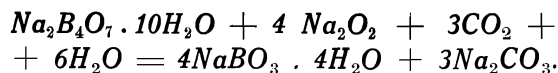
Zgłoszono 25 września 1928 r.

Udzielono 26 października 1929 r.

Pierwszeństwo: 27 września 1927 r. (Stany Zjednoczone Ameryki).

Wynalazek niniejszy dotyczy wyrobu nadboranu sodowego z boraksu.

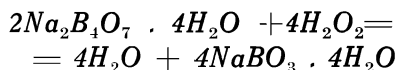
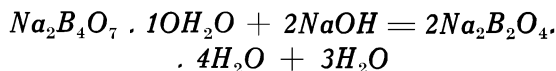
Wiadomo, że z boraksu, nadtlenku sodu i kwasu węglowego można otrzymać nadboran sodowy według następującego równania:



Sposób powyższy ma jednak tę wadę, że znaczne ilości (6 moli) sodu przeprowadza się w stosunkowo mało wartościowy węglan sodowy przy jednoczesnych stratach cennego boraksu.

Następnie wiadomo, że nadboran sodowy otrzymuje się z boraksu wodorotlenku

sodowego i wody utlenionej według równania:

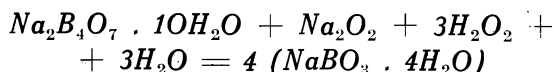


jednakże metoda ta wymaga stosowania względnie drogich środków utleniających.

Według niniejszego wynalazku można wytwarzać nadboran z pełną praktycznie wydajnością tlenu i z małymi tylko stratami boraksu, otrzymując w rezultacie bardzo czysty produkt przez to, że do utleniania boraksu stosuje się nadtlenek sodowy

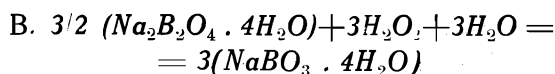
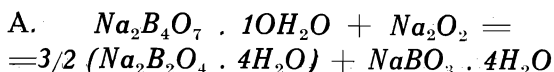
i wodę utlenioną w taki sposób, że w pierwszym stopniu procesu użyty boraks podlega częściowemu utlenieniu pod wpływem nadtlenu sodowego, przyczem jednocześnie do reakcji wprowadza się sól potrzebny do wytworzenia nadboranu, poczem następuje dalsze utlenienie zapomocą wody utlenionej.

Można tedy prowadzić proces według następującego równania sumarycznego:



w warunkach, zapobiegających tworzeniu się szkodliwych produktów ubocznych, zanieczyszczających ług i wytworzony nadboran.

Przebieg reakcji według powyższego równania odbywa się przypuszczalnie stopniowo w ten sposób:



Sposób powyższy posiada tę zaletę, że ług macierzysty może być stosowany wciąż do świeżej reakcji.

Według wynalazku postępuje się np. w ten sposób, że najpierw działa się w umiarkowanej temperaturze nadtlakiem sodowym na roztwór boraksu, najlepiej w stosunku: na 1 mol boraksu mniej więcej 1 mol nadtlenu sodowego. Następnie dodaje się wodę utlenioną (najlepiej 30%-wą), a po ukończeniu tworzenia się nadboranu poddaje się go krystalizacji przez chłodzenie przyczem ług macierzysty służyć może do sporządzenia nowego roztworu boraksu. Przy tym sposobie pracy otrzymuje się nadboran w formie dobrze ukształtowanych, swobodnie przelewają-

cych się kryształów, wolnych od zanieczyszczeń takich, jak meta-boran, węglan sodowy, sól kuchenna i podobnych ciał. Prowadząc proces w warunkach umożliwiających dziesięciokrotne kolejne zastosowanie ługu macierzystego do świeżych porcyj bez jakiegokolwiek czyszczenia, uzyskuje się doskonałą wydajność tlenu (przeciętnie 95 — 96%) oraz praktycznie 100-procentowe przetworzenie boraksu, co się tłumaczy tem, że część boraksu pozostająca w roztworze oraz produkty wytworzone z niego, jak meta-boran, zostają zużyte do następnych porcyj.

Zasadnicze znaczenie posiada również właściwe regulowanie temperatur, mające wpływ na wynik. Naogół zaleca się w pierwszym stopniu procesu utrzymać wzrastającą temperaturę przy dodawaniu nadtlenu sodowego aż do przetworzenia boraksu w metaboran pomiędzy 12 i 20° C, najlepiej około 15° C. Przekroczenie temperatury 20° C powoduje straty tlenu, zaś praca w temperaturach zbyt niskich, np. leżących znacznie niżej 15° C, przeciwdziała przetwarzaniu boraksu w meta-boran. Dodatek wody utlenionej odbywa się najlepiej przy temperaturze roztworu 8—12° C, a przeprowadza drugi stopień procesu w średniej temperaturze, np. 10° C. Jeśli utrzymywać temperaturę znacznie niżej 10° C, to reakcja początkowo przebiega wolno; po rozpoczęciu jednak przebiega ona zbyt szybko, wywołując tworzenie się piany i powodując straty tlenu. Jeżeli drugi stopień procesu prowadzi się w temperaturach leżących znacznie wyżej 10° C, to otrzymuje się mniej ładne kryształy nadboranu.

Przykład. Do 646 kg boraksu dodaje się, mieszając, 1800 kg wody w temperaturze poniżej 15° C. Następnie dodaje się, ciągle mieszając, 133 kg nadtlenu sodowego w ciągu 10 minut. Temperaturę roztworu podnosi się do prawie 15° C i utrzy-

muje się ją w granicy 10° i 15° C w ciągu 30 minut. W tym właśnie czasie następuje zamiana boraksu na nadboran i częściowe utlenienie do nadboranu. Do ługu metaboranu dodaje się w temperaturze około 10° C 630 kg wody utlenionej (27,6%) w ten sposób, że całą ilość wlewa się w ciągu 90 minut, przyczem utrzymuje się temperaturę na wysokości około 10° C zapomocą chłodzenia.

Następnie całość miesza się w ciągu godziny, ochładzając ług do 0° C w celu możliwie całkowitej krystalizacji nadboranu. Kryształy oddzielone od ługu zapomocą np. odwirowania są tak czyste, że można je przerabiać dalej bez konieczności przemycia. Po wysuszeniu w umiarkowanej temperaturze, np. 36 — 40° C, otrzymuje się nadboran w formie niehigroskopijnych, swobodnie przelewających się kryształów. Ług macierzysty, powodujący po oddzieleniu kryształów temperaturę np. 0 — 5° C, służy do wytworzenia świeżego roztworu boraksu. Po dziesięciokrotnem użyciu ługu w procesie kołowym był on jeszcze tak czysty, że wytworzony nadboran nie zawierał zanieczyszczeń. 10 porcyj, przy których zużyto ogółem 6460 kg boraksu, 1330 kg nadtlenu sodowego i 6295 kg wody utlenionej, dało 10381 kg suchego nadboranu o przeciętnej zawartości tlenu 9,91%, co odpowiada 95,2% wydajności tlenu i 99,7% teoretycznej wydajności użytego boraksu.

#### Zastrzeżenia patentowe.

##### 1. Sposób wyrobu nadboranu sodowe-

go z boraksu, znamienny tem, że na roztwór boraksu działa się nadtlaniem sodowym celem przerobienia boraksu na metaboran i częściowo przeprowadzenia w nadboran, a następnie dodaje się wodę utlenioną w ilości potrzebnej do utworzenia nadboranu.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że dodaje się takie ilości nadtlenu sodowego i wody utlenionej, by możliwie utrudnić powstawanie niepożądanych produktów ubocznych.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamienny tem, że do procesu na 1 mol boraksu zużywa się mniej więcej 1 mol nadtlenu sodowego i mniej więcej 3 mole wody utlenionej.

4. Sposób według zastrz. 1 — 3, znamienny tem, że przetworzenie boraksu zapomocą nadtlenu sodowego odbywa się w temperaturach, nieleżących znacznie wyżej lub niżej granicy 12—20°C.

5. Sposób według zastrz. 1 — 4, znamienny tem, że utlenienie odbywa się zapomocą wody utlenionej w temperaturach, nieprzekraczających zbytnio granicy 8 — 12°C wdół lub wzwyż.

6. Sposób według zastrz. 1 — 5, znamienny tem, że ługi macierzyste zużywa się w biegu kołowym w ten sposób, że ług oddzielony po wykrystalizowaniu nadboranu służy do utworzenia świeżego roztworu boraksu.

The Roessler & Hasslacher  
Chemical Company.

Zastępca: Inż. J. Wyganowski,  
rzecznik patentowy.