

URZĄD PATENTOWY



CO1b 15/02

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ OPIS PATENTOWY

Nr 18876.

Kl. ~~12 i 16~~

12 i 15/02

B. Laporte Limited
(Luton, Wielka Brytania),
Isaac Ephraim Weber
(Luton, Wielka Brytania)
i Victor Wallace Slater
(Luton, Wielka Brytania).

Sposób wytwarzania nadtlenu wodoru.

Zgłoszono 23 września 1932 r.

Udzielono 28 sierpnia 1933 r.

Pierwszeństwo: 14 października 1931 r. (Wielka Brytania).

Nadtlenek wodoru wytwarza się naogół z roztworu kwasu nadsiarkowego lub nadsiarczanów przez przepuszczanie tego roztworu przez jedną lub więcej długich wąskich rurek, ogrzewanych z zewnątrz parą wodną, przyczem warunki w jakich zachodzi proces są takie, że w chwili, gdy roztwór przebył rurki, dobiega jednocześnie do końca hydroliza roztworu i przejście w stan lotny utworzonego w tym procesie nadtlenu wodoru.

Wadą tego procesu, jak również innych procesów, w których hydroliza podczas stężania dobiega praktycznie końca jest to, że, w celu osiągnięcia maksymalnej hydrolizy nadsiarczanu i destylacji nadtlenu wodoru, trzeba prowadzić stężenie tak daleko, że rozkład nadtlenu wodoru stanowi poważną stratę.

Wynalazek niniejszy opiera się na spostrzeżeniu, że można otrzymać zwiększoną wydajność nadtlenu wodoru, jeśli stopień

stężenia, do którego doprowadza się roztwór po elektrolizie, jest znacznie mniejszy, niż stosowany w dotychczasowej praktyce, oraz jeśli główna hydroliza zachodzi w aparacie destylacyjnym w postaci kolumny, zawierającej środki, jak pierścienie Raschig'a lub perforowane płytki lub części, sprzyjające tworzeniu się pęcherzyków. Destylowanie nadtlenu wodoru z parą wodną odbywa się w kolumnie pod zmniejszonym ciśnieniem.

Zgodnie z wynalazkiem stężenie pod zmniejszonym ciśnieniem przerywa się, gdy hydrolizie uległa nie więcej niż połowa nadsiarczuanu lub kwasu nadsiarkowego, po czym ciecz przechodzi do aparatu destylującego pod zmniejszonym ciśnieniem, gdzie hydroliza dobiega końca w obecności pary wodnej, która wraz z nadtlenukiem wodoru uchodzi do kolumny rektyfikacyjnej lub do chłodnicy.

Aparatowi destylacyjnemu najlepiej nadaje się postać kolumny. Gdy urządzenie jest tak zestawione, że pary z instalacji stężącej wchodzi do kolumny wraz z cieczą stężoną, para wodna warunkuje hydrolizę i unosi wraz z sobą nadtlenek wodoru w stanie lotnym.

Rury do przepuszczania roztworów winny być najlepiej stosunkowo szerokie, ogrzewane z zewnątrz parą wodną tak, aby nie zachodziło w nich prawie nic poza wytwarzaniem się pary wodnej.

Urządzenie może być tego rodzaju, że para i ciecz wchodzi z rury lub rur do górnej części kolumny i przechodzą ku dołowi z dodatkową parą wodną lub bez niej, przy czym jako dodatkowa para wodna może służyć nadmiar pary z płaszcza parowego, ogrzewającego rurę. Para wodna i nadtlenek wodoru uchodzą z kolumny przez otwór w jej dolnej części, połączony z chłodnicą i pompą próżniową, podczas gdy ciecz odpływa przez drugi otwór i odpowiednio długą rurę z zamknięciem hydraulicznym.

Przy innej postaci urządzenia wpuszcza się, jak poprzednio, parę i ciecz do górnej części kolumny i zmusza się parę wodną do wznoszenia się w kolumnie; zachodzi wtedy hydroliza cieczy, nadtlenek wodoru destyluje z parą wodną, podczas gdy ciecz odpływa z dolnej części kolumny przez odpowiednio długą rurę o zamknięciu hydraulicznym. Destylujący z parą wodną nadtlenek wodoru wznosi się w kolumnie i wraz z parami z rur przechodzi do chłodnicy przez otwór w górnej części kolumny.

W każdym z tych urządzeń w celu wytwarzania stężonego nadtlenu wodoru można zastosować kolumnę rektyfikacyjną między wylotem dla par w kolumnie a chłodnicą.

Urządzenie według wynalazku znajduje zastosowanie w instalacji dla ciągłego krążenia roztworu kwasu siarkowego lub kwaśnego siarczuanu (zwłaszcza kwaśnego siarczuanu amonowego) przez komorę elektrolityczną i aparat do destylowania, przy czym świeży kwas lub kwaśny siarczan wprowadza się do obiegu w miarę potrzeby. Stwierdzono, że komora elektrolityczna pojedyncza daje dobre wyniki, dzięki czemu unika się stosowania komór anodowych i katodowych z oddzielającymi przeponami.

Załączony rysunek schematyczny przedstawia przekrój pionowy przez kolumnowy aparat do destylacji opisanego wyżej typu: *a* jest baterią zaopatrzonych w płaszcze parowych rurek próżniowych, do których wprowadza się roztwór nadsiarczuanu za pomocą urządzenia zasilającego, np. opisanego w patencie niemieckim Nr. 558654; w rurach tych roztwór ulega wyparowaniu.

Stężony roztwór uchodzi z rurki *a* i spływa wewnątrz kolumny *b*, która jest zaopatrzona w pierścienie Raschig'a lub inne odpowiednie środki i posiada otulinę *f* z izolacji cieplnej. Para wodna wchodzi przez *c*, wznosi się w kolumnie, którą wraz z parą

nadtlenku wodoru opuszcza rurą *d*, wchodząc do chłodnicy lub kolumny rektyfikacyjnej, nie uwidocznionych na rysunku. Pozostałość, zawierająca kwaśny siarczan, wychodzi z dolnej części kolumny hydrolizującej *b* przez kolumnę *e* z zamknięciem hydraulicznem.

Całość aparatu znajduje się pod zmniejszonym ciśnieniem.

Można stosować, np., roztwór nadsiarczanu amonowego, kwaśnego siarczanu amonowego i kwasu siarkowego, o następującym składzie:

200 g nadsiarczanu amonowego,
172 g kwaśnego siarczanu amonowego i
135 g kwasu siarkowego, rozpuszczonych w 1 l wody.

Roztwór ten wprowadza się zapomocą urządzenia zasilaającego z szybkością 44,1 litra na godzinę do rur, ogrzewanych parą i znajdujących się pod zmniejszonym ciśnieniem około 38,1 mm rtęci. Wyparowywanie tego roztworu jest regulowane w ten sposób, że stężony roztwór opuszcza rury z szybkością 16,6 litra na godzinę i przechodzi do kolumny hydrolizacyjnej. Woda i para nadtlenku wodoru w ilości 29,36 kg na godzinę przechodzą do chłodnicy lub kolumny rektyfikacyjnej. W tem stadjum hydrolizy reguluje się wyparowywanie tak, aby otrzymywać minimalną ilość nadtlenku wodoru, nie przekraczającą przeważnie 20% ilości, którą można otrzymać z nadsiarczanu amonowego.

W celu przeprowadzenia hydrolizy stężonego roztworu przeprowadza go się ku dołowi przez kolumnę hydrolizacyjną o temperaturze 70 — 80° i pod zmniejszonym ciśnieniem, wynoszącym około 38,1 mm rtęci. Kolumna hydrolizacyjna jest wypełniona pierścieniami Raschig'a lub innemi odpowiedniami środkami. Przez kolumnę przepływa ku górze para wodna z szybkością około 30,9 kg na godzinę, dzięki czemu nadtlenek wodoru jest usuwany ze stężonego

roztworu natychmiast po wytworzeniu się, w celu zapobieżenia jego rozkładowi. Ta para nadtlenku wodoru przechodzi do chłodnicy lub kolumny rektyfikacyjnej przez ten sam wyłot co i para z rur, w których się odbywa odparowanie. Wydajność otrzymanego nadtlenku wodoru wynosi 97% teoretycznej. Roztwór kwaśnego siarczanu, wytworzony przez hydrolizę, opuszcza dolną część kolumny hydrolizacyjnej przez odpowiednio długie zamknięcie, poczem ulega rozcieńczeniu wodą, w razie potrzeby oczyszczaniu, i przechodzi do elektrolizatorów.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania nadtlenku wodoru z roztworu kwasu nadsiarkowego lub nadsiarczanu przez stężenie roztworu i następującą potem destylację, znamieny tem, że stężenie przerywa się, gdy hydrolizie uległa nie więcej niż połowa nadsiarczanu lub kwasu nadsiarkowego, przyczem hydrolizę doprowadza się do końca, w zasadzie bez dalszego wyparowywania, w obecności pary wodnej.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tem, że hydrolizę prowadzi się pod zmniejszonym ciśnieniem w kolumnie, wypełnionej odpowiednim materiałem płótkowym, albo w kolumnie z płytkami.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamieny tem, że roztwór ulega stężeniu w ogrzewalnych rurach, umieszczonych tak, iż ciecz i wytworzona w nich para przepływają do górnej części kolumny.

4. Sposób według zastrz. 1 — 3, znamieny tem, że roztwór kwasu siarkowego lub kwaśnego siarczanu lub mieszanina obu roztworów ulega elektrolizie, w celu otrzymania roztworu kwasu nadsiarkowego lub nadsiarczanu, następnie przepływa przez ogrzewane rury w takich warunkach, iż hydrolizie ulega nie więcej niż połowa kwasu

niadsiarkowego lub nadsiarczanu, przyczem ciecz i pary przepływają z rur do kolumnowego aparatu destylacyjnego, który znajduje się pod zmniejszonym ciśnieniem i w którym hydroliza dobiega do końca w obecności pary wodnej, w końcu po usunięciu z aparatu destylacyjnego nadtlenu wodoru wraz z parą wodną, zhydrolizowana ciecz

spływa z aparatu destylacyjnego do komory elektrolitycznej.

B. Laporte Limited.
Isaac Ephraim Weber.
Victor Wallace Slater.
Zastępca: Inż. M. Brokman,
rzecznik patentowy.

