

RZECZPOSPOLITA
POLSKA



Urząd Patentowy
Rzeczypospolitej Polskiej

(12) **OPIS PATENTOWY** (19) **PL** (11) **240862**

(13) **B1**

(21) Numer zgłoszenia: **432158**

(51) Int.Cl.
C01B 15/013 (2006.01)
B01D 1/28 (2006.01)
B01D 3/10 (2006.01)

(22) Data zgłoszenia: **10.12.2019**

(54)

Sposób zatężania nadtlenu wodoru

(43) Zgłoszenie ogłoszono:

14.06.2021 BUP 12/21

(45) O udzieleniu patentu ogłoszono:

20.06.2022 WUP 25/22

(73) Uprawniony z patentu:

JAKUSZ SPACETECH
SPÓŁKA Z OGRANICZONĄ
ODPOWIEDZIALNOŚCIĄ, Szymbark, PL

(72) Twórca(y) wynalazku:

NATALIA OKROJ, Kościerzyna, PL
KAROLINA MICHALSKA, Bojano, PL
BARTOSZ JAKUSZ, Szymbark, PL

(74) Pełnomocnik:

rzecz. pat. Jacek Czabajski

PL 240862 B1

Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest sposób zatężania nadtlenu wodoru H_2O_2 . Nadtlenek wodoru w stężeniu 30% stosuje się między innymi jako silny środek utleniający w przemyśle chemicznym. Natomiast w stężeniu od 85% do 98% nadtlenek wodoru może stanowić dodatek w postaci utleniacza paliwa w zastosowaniach do napędu raketowego.

Nadtlenek wodoru w temperaturze pokojowej stanowi bezbarwną ciecz. Ma silne właściwości utleniające, wynikające z faktu, że w czasie jego rozkładu jednym z produktów jest tlen cząsteczkowy in statu nascendi. Czysty nadtlenek wodoru jest związkiem nietrwałym i ulega rozkładowi z efektem egzotermicznym na wodę i tlen cząsteczkowy, pod wpływem różnych czynników takich jak ciepło, promieniowanie UV, lub kontakt z niektórymi substancjami nieorganicznymi. Rozkład ten może być uaktywniony przez szereg rozdrobnionych substancji chemicznych lub metali. Nadtlenek wodoru powinien być przechowywany w ciśnieniowych butelkach z polietylenu i nie poddawany ekspozycji na światło dzienne jak również ekspozycji na źródła ciepła.

Nadtlenek wodoru otrzymuje się na przykład w procesie antrachinonowym, na drodze utleniania 2-etylo-9,10-antracenodiolu gazowym tlenem przepuszczanym przez roztwór tego związku. Oddzielanie nadtlenu wodoru prowadzi się zwykle na drodze ekstrakcji wodą. Pozostały w roztworze 2-etyloantrachinon poddaje się regeneracji gazowym wodorem, poprzez redukcję katalityczną.

Zwykle w procesie wytwórczym otrzymuje się rozcieńczony 30% roztwór wodny nadtlenu wodoru. Otrzymany roztwór zatężeja się zwykle do stężenia ok. 50% przez odparowywanie wody pod mniejszym ciśnieniem.

Przedmiotem wynalazku jest sposób zatężania nadtlenu wodoru do stężenia 98%, w tym standardzie określanego także jako nadtlenek wodoru HTP na drodze destylacji próżniowej. Znanych jest szereg rozwiązań technologii prowadzenia procesu zatężania nadtlenu wodoru.

W rozwiązaniu znanym z opisu patentowego europejskiego nr EP 3118157 przedstawiono jednoetapowy układ do zatężania i oczyszczania nadtlenu wodoru, w szczególności do wytwarzania stężonego roztworu nadtlenu wodoru o wysokiej zawartości nadtlenu HTP o stężeniu co najmniej 98% do zastosowań napędowych. Układ obejmuje elementy grzewcze, łaźnię wodną oraz obrotową skrzynkę z napędem w położeniu nachylonym pod kątem od 105° do 140° w stosunku do kolumny frakcjonującej. Układ zawiera także kondensator, oraz odbiornik destylatu. Według tego znanego rozwiązania układ zawiera dodatkowo stacjonarną kolbę 4 umieszczoną pomiędzy kolumną frakcjonującą, a kolbą obrotową do umieszczania surowca, a powyżej kolumny frakcjonującej i przed kondensatorem zawiera on skraplacz sterowany szybkością przepływu cieczy chłodzącej. Ponadto za skraplaczem znajduje się kurek odcinający który zamyka główny odbiornik, zawierający dodatkowy skraplacz, który z jednej strony jest podłączony do pompy próżniowej, a po drugiej stronie jest połączony z odbiornikiem pomocniczym.

Kolumna frakcjonująca pracuje w warunkach adiabatycznych, a produkt końcowy otrzymuje się z dwóch kolb. Sposób wytwarzania stężonego roztworu nadtlenu wodoru, w szczególności o stężeniu HTP wynoszącym co najmniej 98% do zastosowań napędowych, w układzie według wynalazku polega na tym, że przeprowadza się jednoetapowy proces wytwarzania stężonego roztworu nadtlenu wodoru poprzez zatężanie i oczyszczanie.

W innym rozwiązaniu znanym z opisu patentowego polskiego zgłoszenia P.403721, przedstawiono urządzenie do destylacji próżniowej roztworu zawierającego nadtlenek wodoru, zawierające kolejno elementy grzewcze, osiowo-symetryczną kolbę destylacyjną, środki do wprawiania kolby destylacyjnej w ruch obrotowy wokół jej osi symetrii, kolumnę rektyfikacyjną, łapacz kropel, podłączenie pompy próżniowej, chłodnicę, płaszcz wody chłodzącej oraz odbiornik destylatu. Według tego znanego rozwiązania oś symetrii kolby destylacyjnej jest ustawiona pod kątem 105° do 140° względem kolumny rektyfikacyjnej. Kolba destylacyjna może obracać się wokół swojej osi i jest co najmniej częściowo umieszczona w środkach grzewczych. Ponadto kolba destylacyjna zawiera czujnik do pomiaru stężenia nadtlenu wodoru. Ponadto, to znane rozwiązanie dotyczy sposobu otrzymywania nadtlenu wodoru, zwłaszcza klasy HTP, do zastosowań napędowych, w dwuetapowym procesie destylacji próżniowej. Proces według tego znanego rozwiązania obejmuje etap frakcjonowania oraz etap próżniowego oczyszczania. W pierwszym etapie frakcjonowania prowadzi się destylację próżniową, polegającą na zatężaniu nadtlenu wodoru, gdzie obrotowa kolba destylacyjna pracuje z prędkością około 80 obrotów na minutę, przy podciśnieniu od 7 mBar do 20 mBar

i w temperaturze od 35°C do 55°C. W drugim etapie oczyszczania próżniowego rotacyjna próżniowa wyparka działa przy szybkości obrotowej co najmniej 120 obrotów na minutę przy podciśnieniu do 12 mbar i w temperaturze do 55°C.

W kolejnym rozwiązaniu, znanym z opisu zgłoszenia międzynarodowego WO 2012/025333 przedstawiono kolejne rozwiązanie sposobu zatężania wodnego roztworu nadtlenu wodoru. Według tego znanego rozwiązania wytwarza się dwa strumienie nadtlenu wodoru o różnych stężeniach w urządzeniu zawierającym parownik wstępny, kolumnę destylacyjną i kompresor pary. Sposób polega na tym, że wodny roztwór nadtlenu wodoru w sposób ciągły doprowadza się do odparowywacza wstępnego, a pary doprowadza się do kolumny destylacyjnej. Produkt dolny uzyskuje się w etapie wstępnym. Z wyparki odprowadzany jest jako pierwszy skoncentrowany strumień nadtlenu wodoru. Pary wytworzone w kolumnie destylacyjnej są pobierane z kolumny destylacyjnej na głowicy kolumny, sprężane za pomocą sprężarki i wykorzystywane do ogrzewania wstępnego parownika. Z dna produkt otrzymany w kolumnie destylacyjnej jest usuwany jako drugi strumień stężonego nadtlenu wodoru. W tej technologii wytwarza się równocześnie dwa stężone roztwory nadtlenu wodoru o różnych stężeniach, w zakresie stężeń od 50 do 70% wagowych nadtlenu wodoru w dowolnie wybranym stosunku, przez doprowadzenie części dolnego produktu otrzymanego w parowniku do destylacji.

Według kolejnego rozwiązania znanego z opisu patentowego GB 872925 roztwór wodny nadtlenu wodoru zawierający co najmniej 8% wagowych nadtlenu wodoru zatęża się ogrzewając roztwór pod ciśnieniem poniżej ciśnienia atmosferycznego, aby wytworzyć pierwszą mieszaninę nadtlenu wodoru i pary wodnej. Tę pierwszą mieszaninę wprowadza się do pośredniej sekcji strefy kontaktu cieczy z gazem pod ciśnieniem poniżej ciśnienia atmosferycznego, wprowadzając do niższej strefy kontaktu drugą mieszaninę nadtlenu wodoru i pary wodnej zawierającą większy udział nadtlenu wodoru odpowiadający oparom w równowadze z wodnym wodorem roztwór nadtlenu o zawartości co najmniej 70% wagowych nadtlenu wodoru. Proces prowadzi się w przeciwnym kierunku dla selektywnego usunięcia wody z pierwszej mieszaniny. W korzystnym wykonaniu rozcieńczony wodny nadtlenek wodoru o stężeniu 40% wprowadza się do układu i miesza się go z nadtlenkiem wodoru o stężeniu 73,5%. Mieszanina ta krąży przez odparowywacz 2 do separatora 4 zawierającego włókna szklane, które powodują przepływ cieczy w dół, a para zawierająca 39,1% nadtlenu wodoru przekazywana jest do wnętrza kolumny 10 wypełnionej pierścieniami Rashiga. U podstawy kolumny znajduje się odparowywacz który powoduje, że 88,83% roztwór nadtlenu wodoru pozostaje w stanie wrzenia i dostarcza wystarczającej ilości pary dla otrzymania destylatu wolnego od nadtlenu wodoru, który się odbiera. W tym samym czasie 88,83% nadtlenu wodoru jest pobierane w dolnej części kolumny jako produkt. Cały układ pracuje w warunkach podciśnienia.

W kolejnym rozwiązaniu znanym z dokumentu US 2005/252856 przedstawiono inny sposób zatężania roztworów nadtlenu wodoru z wykorzystaniem polimerowej membrany oddzielającej. Membrana jest selektywnie przepuszczalna wobec wody nad przepuszczalnością nadtlenu wodoru, ułatwiając w ten sposób zatężanie roztworu nadtlenu wodoru przez transport wody przez membranę. Dzięki zastosowaniu tego rozwiązania, roztwory nadtlenu wodoru o stężeniu do 85% objętości lub wyższym mogą być wytwarzane w punkcie użycia bez gromadzenia znaczących ilości silnie stężonych roztworów i bez konieczności stosowania niebezpiecznych temperatur.

Problemem w otrzymaniu wysokich stężeń nadtlenu wodoru, rzędu 98% jest obecność w roztworach przekraczających stężenie 80% śladowych ilości zanieczyszczeń, co utrudnia uzyskanie nadtlenu wodoru zgodnego ze standardem MIL-PRF 16005F. Zadaniem wynalazku jest opracowanie sposobu zatężania nadtlenu wodoru do stężenia 98% na drodze destylacji z jednoczesnym usuwaniem pozostałych zanieczyszczeń.

Według wynalazku sposób zatężania nadtlenu wodoru polega na tym, że wyjściowy nadtlenek wodoru o stężeniu od 50% do 70% umieszcza się w naczyniu wyparnym zespołu wyparki próżniowo rotacyjnej i poddaje się go destylacji próżniowej etapowo, przy czym w pierwszym etapie wyjściowy nadtlenek wodoru poddaje się destylacji próżniowej pod ciśnieniem wstępnym pary od 10 mbar do 12 mbar i uzyskuje się wstępnie oczyszczony półprodukt pierwszy PP1 w postaci nadtlenu wodoru o stężeniu od 80% do 93% w ten sposób, że w początkowym okresie destylacji odprowadza się pierwszy destylat D20 o stężeniu od 10% do 30% do naczynia odbiorczego. Po osiągnięciu temperatury pary nadtlenu wodoru od 29°C do 32°C, w drugim etapie zmienia się ciśnienie na wartość od 7 mbar do 9 mbar i odbiera się drugi destylat D50 o stężeniu od 40% do 58% do naczynia odbiorczego. Po osiągnięciu temperatury pary od 32°C do 34°C zmienia się ciśnienie na

wartość od 5 mbar do 7 mbar i dalej prowadzi się destylację odbierając w naczyniu odbiorczym półprodukt pierwszy PP1 o stężeniu od 80% do 93%. W etapie trzecim półprodukt pierwszy PP1 umieszcza się w naczyniu wyparnym i poddaje się go destylacji próżniowej przy ciśnieniu pary od 7 do 9 mbar i odbiera się w naczyniu odbiorczym trzeci destylat D75 o stężeniu od 70% do 80%, i po osiągnięciu temperatury pary od 35°C do 39°C ten trzeci destylat D75 przekazuje się z naczynia odbiorczego do naczynia zdawczego NZ. Destylację prowadzi się nadal w temperaturze od 40°C do 45°C oraz przy ciśnieniu pary od 7 mbar do 9 mbar i w naczyniu odbiorczym odbiera się półprodukt drugi PP2 o stężeniu nadtlenu wodoru od 90% do 95% o specyfikacji zgodnej z MIL-PRF 16005F dla stężenia od 90% do 91,5%.

Według wynalazku sposób zateżniania nadtlenu wodoru charakteryzuje się tym, że w czwartym etapie półprodukt drugi PP2 z trzeciego etapu zateżniania, o stężeniu od 90% do 95%, umieszcza się w naczyniu wyparnym i prowadzi się destylację nadtlenu wodoru przy temperaturze pary od 44°C do 46°C i przy ciśnieniu pary od 7 mbar do 9 mbar i odprowadza się do naczynia odbiorczego początkowo czwarty destylat D80 o stężeniu nadtlenu wodoru od 70% do 93%, a następnie z naczynia wyparnego podczas dalszej destylacji odbiera się produkt P o stężeniu od 96% do 99,5% o specyfikacji zgodnej z MIL-PRF 16005F.

Nadtlenek wodoru stanowiący czwarty destylat D80 uzyskany w czwartym etapie procesu zateżniania, o stężeniu od 70% do 93%, korzystnie przekazuje się do naczynia wyparnego trzeciego etapu destylacji, jako półprodukt pierwszy PP1.

W dalszej korzystnej wersji rozwiązania według wynalazku, pozostałość zanieczyszczeń w naczyniu wyparnym w etapie drugim destylacji rozcieńcza się pierwszym destylatem D20 z pierwszego etapu destylacji, o stężeniu od 10% do 30% i usuwa się z naczynia wyparnego.

Drugi destylat D50 z pierwszego etapu destylacji w innej korzystnej wersji rozwiązania według wynalazku, o stężeniu od 40% do 58%, przekazuje się ponownie do naczynia wyparnego w wymienionym etapie pierwszym.

W rozwiązaniu według wynalazku, naczynie wyparne w zespole wyparki próżniowo rotacyjnej, korzystnie stanowi kolba okrągłodenna umieszczona w łaźni wodnej o temperaturze od 55°C do 60°C, wyposażona w mechanizm napędu obrotu wokół osi symetrii tej kolby.

Według wynalazku, w etapie pierwszym i w etapie drugim proces destylacji może być prowadzony w pierwszym zespole wyparki próżniowo rotacyjnej, w etapie trzecim proces destylacji może być prowadzony w drugim zespole wyparki próżniowo rotacyjnej, zaś w etapie czwartym proces destylacji może być prowadzony w trzecim zespole wyparki próżniowo rotacyjnej.

Przedmiot wynalazku przedstawiono poniżej w przykładach wykonania obrazujących przebieg procesu zateżniania nadtlenu wodoru. Załączono tabele obrazujące zbiorczo parametry trzech przykładowych procesów według wynalazku.

Przedstawiono także zespół wyparki próżniowo rotacyjnej w dwóch przykładach wykonania:

Fig. 1 – zespół wyparki próżniowo rotacyjnej dla realizacji etapu pierwszego i drugiego procesu zateżniania,

Fig. 2 – zespół wyparki próżniowo rotacyjnej dla realizacji etapu trzeciego i czwartego procesu zateżniania.

Przykład 1

Wyjściowy nadtlenek wodoru o stężeniu od 50% w ilości 25 kg umieszcza się w naczyniu wyparnym pierwszego zespołu wyparki próżniowo rotacyjnej według fig. 1 i poddaje się go destylacji próżniowej etapowo.

W pierwszym etapie wyjściowy nadtlenek wodoru poddaje się destylacji próżniowej pod ciśnieniem wstępnym pary 10 mbar i uzyskuje się wstępnie oczyszczony półprodukt pierwszy PP1 w postaci nadtlenu wodoru o stężeniu 80%. W początkowym okresie destylacji odprowadza się pierwszy destylat D20 o stężeniu 10% do naczynia odbiorczego w wymienionym pierwszym zespole wyparki.

Po osiągnięciu temperatury pary nadtlenu wodoru 29°C, w drugim etapie zmienia się ciśnienie na wartość 7 mbar i odbiera się drugi destylat D50 o stężeniu 40% do naczynia odbiorczego w wymienionym pierwszym zespole wyparki. Po osiągnięciu temperatury pary 32°C zmienia się ciśnienie na wartość 5 mbar i dalej prowadzi się destylację odbierając w naczyniu odbiorczym w tym zespole wyparki półprodukt pierwszy PP1 o stężeniu 80%.

W etapie trzecim półprodukt pierwszy PP1 umieszcza się w naczyniu wyparnym w drugim zespole wyparki próżniowo rotacyjnej pokazanym na rysunku fig. 2 i poddaje się go destylacji próżniowej przy ciśnieniu pary 7 i odbiera się w naczyniu odbiorczym tego drugiego zespołu wyparki trzeci destylat D75 o stężeniu 70%, i po osiągnięciu temperatury pary 35°C ten trzeci destylat D75 przekazuje się z naczynia odbiorczego do znanego naczynia zdawczego nie pokazanego na załączonym rysunku fig. 2. Destylację w etapie trzecim prowadzi się nadal w temperaturze 40°C oraz przy ciśnieniu pary 7 mbar i w naczyniu odbiorczym drugiego zespołu wyparki odbiera się półprodukt drugi PP2 o stężeniu nadtlenu wodoru 90%.

W czwartym etapie półprodukt drugi PP2 z trzeciego etapu zatężania, o stężeniu 90% umieszcza się w naczyniu wyparnym trzeciego zespołu wyparki próżniowo rotacyjnej i prowadzi się destylację nadtlenu wodoru przy temperaturze pary 44°C i przy ciśnieniu pary od 7 mbar odprowadza się do naczynia odbiorczego tego trzeciego zespołu wyparki początkowo czwarty destylat D80 o stężeniu nadtlenu wodoru 70%, a następnie z naczynia wyparnego tego trzeciego zespołu wyparki, podczas dalszej destylacji odbiera się produkt (P) o stężeniu 96% w ilości 23,46 kg. W tym przykładzie wykonania budowa trzeciego zespołu wyparki jest taka sama jak budowa drugiego zespołu wyparki pokazanego na rysunku fig. 2.

Nadtlenek wodoru stanowiący czwarty destylat D80 uzyskany w czwartym etapie procesu zatężania, o stężeniu 70%, przekazuje się w tym przykładzie wykonania do naczynia wyparnego drugiego zespołu wyparki, pracującego w trzecim etapie destylacji. Stanowi on w tym przykładzie półprodukt pierwszy PP1 uzupełniając ilość półproduktu pierwszego PP1. W naczyniu wyparnym pozostałe zanieczyszczenia z drugiego etapu destylacji rozcieńcza się pierwszym destylatem D20 pobranym z pierwszego etapu destylacji, o stężeniu 10% i usuwa się z naczynia wyparnego pierwszego zespołu wyparnego.

Drugi destylat D50 z pierwszego etapu destylacji o stężeniu 40%, przekazuje się w tym przykładzie wykonania ponownie do naczynia wyparnego do destylacji w wymienionym etapie pierwszym.

W tym przykładzie wykonania naczynie wyparne w każdym zespole wyparki próżniowo rotacyjnej stanowi kolba okrągłodenna umieszczona w łaźni wodnej o temperaturze 55°C, wyposażona w mechanizm napędu obrotu wokół osi symetrii tej kolby. W tym przykładzie wykonania kolba obraca się w łaźni wodnej z prędkością 20 obrotów na minutę.

Według wynalazku, w etapie pierwszym i w etapie drugim proces destylacji jest prowadzony w pierwszym zespole wyparki próżniowo rotacyjnej, w etapie trzecim proces destylacji jest prowadzony w drugim zespole wyparki próżniowo rotacyjnej, zaś w etapie czwartym proces destylacji jest prowadzony w trzecim zespole wyparki próżniowo rotacyjnej. W tym przykładzie wykonania drugi i trzeci zespół wyparki ma taką samą budowę, pokazaną na rysunku fig. 2.

Zastosowanie w tych przykładach wykonania oddzielnych trzech zespołów wyparki jest uzasadnione dla uniknięcia prowadzenia kolejnego etapu procesu destylacji w zespole wyparki gdzie we wnętrzu elementów składowych zespołu wyparki mogą pozostawać zanieczyszczenia po uprzednio prowadzonych w tym zespole poprzednich etapach procesu destylacji. Nic jednak nie stoi na przeszkodzie aby w innych przykładach realizacji w zespole wyparki gdzie prowadzono poprzedni etap procesu zatężania nadtlenu, po jego dokładnym oczyszczeniu, prowadzić także kolejne wyżej opisane etapy zatężania nadtlenu wodoru poprzez destylację, opisane w przykładach wykonania.

P r z y k ł a d I I

Proces zatężania w drugim przykładzie wykonania przebiega tak samo jak w pierwszym przykładzie wykonania. Wyjściowy nadtlenek wodoru w ilości 25 kg ma stężenie 70%. W tym przykładzie wykonania, w pierwszym etapie wyjściowy nadtlenek wodoru poddaje się destylacji próżniowej pod ciśnieniem wstępnym pary 12 mbar i uzyskany półprodukt pierwszy PP1 ma stężenie 93%. Początkowo odprowadza się pierwszy destylat D20 o stężeniu 30% do naczynia odbiorczego. Po osiągnięciu temperatury pary nadtlenu wodoru 32°C, w drugim etapie zmienia się ciśnienie na wartość 9 mbar i odbiera się drugi destylat D50 o stężeniu 58%. Po osiągnięciu temperatury 34°C zmienia się ciśnienie na wartość 7 mbar i odbiera się w naczyniu odbiorczym półprodukt pierwszy PP1 o stężeniu 93%. W etapie trzecim półprodukt pierwszy PP1 poddaje się w naczyniu wyparnym destylacji próżniowej przy ciśnieniu pary 9 mbar i odbiera się w naczyniu odbiorczym trzeci destylat D75 o stężeniu od 80%. Po osiągnięciu temperatury pary od 39°C ten trzeci destylat D75 przekazuje się z naczynia odbiorczego do znanego naczynia zdawczego NZ, nie pokazanego na załączonych

rysunkach. Destylację prowadzi się nadal w temperaturze 45°C oraz przy ciśnieniu pary 9 mbar. W naczyniu odbiorczym odbiera się półprodukt drugi PP2 o stężeniu nadtlenu wodoru 95%.

W tym przykładzie wykonania, w czwartym etapie półprodukt drugi PP2 z trzeciego etapu zatężania, o stężeniu 95%, umieszcza się w naczyniu wyparnym i prowadzi się destylację nadtlenu wodoru przy temperaturze pary 46°C i przy ciśnieniu pary 9 mbar i odprowadza się do naczynia odbiorczego początkowo czwarty destylat D80 o stężeniu nadtlenu wodoru 93%, a następnie z naczynia wyparnego podczas dalszej destylacji odbiera się produkt P o stężeniu 99,5%.

Nadtlenek wodoru stanowiący czwarty destylat D80 uzyskany w czwartym etapie procesu zatężania, o stężeniu 93%, w tym przykładzie wykonania przekazuje się do naczynia wyparnego trzeciego etapu destylacji, jako półprodukt pierwszy PP1.

Pozostałość zanieczyszczeń w naczyniu wyparnym z etapu drugiego destylacji rozcieńcza się pierwszym destylatem D20 z pierwszego etapu destylacji, o stężeniu 30% i usuwa się z naczynia wyparnego.

Drugi destylat D50 z pierwszego etapu destylacji, w tym przykładzie wykonania, o stężeniu 58%, przekazuje się ponownie do naczynia wyparnego do destylacji w wymienionym etapie pierwszym.

W tym przykładzie wykonania, naczynie wyparne w zespole wyparki próżniowo rotacyjnej, stanowi kolba okrągłodenna umieszczona w łaźni wodnej o temperaturze 60°C, wyposażona w mechanizm napędu obrotu wokół osi symetrii tej kolby. Kolbę obraca się z szybkością 20 obrotów na minutę.

Pozostałe parametry procesu zatężania nadtlenu wodoru w tym przykładzie wykonania są takie same jak w przykładzie I.

Dalsze przykłady realizacji sposobu zatężania nadtlenu wodoru według wynalazku przedstawiono poniżej w tabelach 1, 2, 3.

W Tabeli nr 1 przedstawiającej szczegółowo trzy procesy zatężania trzech porcji, każda po 25 kg surowca wyjściowego w postaci 60% nadtlenu wodoru, w etapie pierwszym oraz w etapie drugim, w zespole wyparki próżniowo rotacyjnej według rysunku fig. 1. Jak widać z tabeli nr 1 uzyskano w pierwszym procesie destylat D1, destylat D2 oraz półprodukt pierwszy PP1. Półprodukt PP1 uzyskano:

- w pierwszym procesie w ilości 10,70 kg i w stężeniu 90,76%,
- w drugim procesie w ilości 10,62 kg i w stężeniu 90,69%,
- w trzecim procesie w ilości 10,16 kg i w stężeniu 90,67%,

T a b e l a 1. Parametry procesowe I i II etapu.

L.p.	Masa surowca – roztwór 60 % nadtlenu wodoru [kg]	Naczynie odbiorcze	Temperatura łaźni [°C]	Końcowa temperatura pary [°C]	Ciśnienie [mbar]	Czas trwania procesu	Masa netto [kg]	Stężenie nadtlenu wodoru [%]
1	25	D20	62,0	30,6	11	1h 28min.	8,08	23,46
		D50	63,1	33,2	8	57min	6,06	53,29
		PP1	62,3	33,6	6	2h 5 min	10,70	90,76
2	25	D20	59,3	30,5	11	1h 27min	8,52	23,97
		D50	61,8	33,4	8	57min	5,64	54,08
		PP1	62,3	34,4	6	1h 50 min	10,62	90,69
3	25	D20	62,3	30,5	11	1h 13min	7,56	23,09
		D50	62,3	33,2	8	1h 6 min	6,64	52,13
		PP1	59,3	33,9	6	1h 50min	10,16	90,67

W Tabeli nr 2 przedstawiono szczegółowo trzy procesy zatężania trzech porcji, surowca wyjściowego w postaci półproduktu PP1 z poszczególnych trzech procesów zatężania z etapu II wg. tabeli nr 1, w etapie trzecim. Użyto w etapie trzecim półprodukt PP1:

- z pierwszego procesu w ilości 10,70 kg i w stężeniu 90,76%,
- z drugiego procesu w ilości 10,62 kg i w stężeniu 90,69%,
- z trzeciego procesu w ilości 10,16 kg i w stężeniu 90,67%,

T a b e l a 2. Parametry procesowe III etapu

Lp.	Masa produktu z etapu II [kg]	Stężenie produktu z etapu II [%]	Naczynie odbiorcze	Temperatura łaźni [°C]	Końcowa temperatura pary [°C]	Ciśnienie, [mbar]	Czas procesu	Masa netto produktu [kg]	Stężenie nadtlenku wodoru [%]
1	10,7	90,76	D 75	60,0	38,0	8	20min	0,92	76,19
			PP2	60,0	40,0	8	3h 35min	9,30	92,70
2	10,6	90,69	D 75	60,0	36,0	8	20min	0,96	73,95
			PP2	60,0	43,0	8	3h 40min	9,24	90,91
3	10,16	90,67	D 75	60,0	36,0	8	20min	0,84	75,76
			PP2	61,0	41,0	8	3h 35min	9,26	92,21

W powyższej Tabeli nr 2 przedstawiono szczegółowo trzy procesy zatężania trzech porcji półproduktu pierwszego PP1 z etapu pierwszego i drugiego w ilościach i stężeniach uzyskanych według tabeli 1. Procesy zatężania w etapie trzecim prowadzono w drugim zespole wyparki próżniowo rotacyjnej według rysunku fig. 2. Jak widać z tabeli nr 2 uzyskano półprodukt drugi PP2:

- w pierwszym procesie w ilości 9,30 kg i w stężeniu 92,70%,
- w drugim procesie w ilości 9,24 kg i w stężeniu 90,71%,
- w trzecim procesie w ilości 9,26 kg i w stężeniu 92,21%,

Specyfikacja tego drugiego półproduktu PP2 jest już zgodna z normą MIL-PRF 16005F dla stężenia od 90% do 91,5%.

Natomiast poniżej, w Tabeli nr 3, przedstawiono szczegółowo trzy procesy zatężania w etapie czwartym trzech porcji półproduktu PP2 z poszczególnych trzech procesów zatężania z etapu III według tabeli nr 2. W etapie czwartym użyto półproduktu PP2 z etapu trzeciego:

- z pierwszego procesu w ilości 9,30 kg i w stężeniu 92,70%,
- z drugiego procesu w ilości 9,24 kg i w stężeniu 90,71%,
- z trzeciego procesu w ilości 9,26 kg i w stężeniu 92,21%,

T a b e l a 3. Wyniki IV etapu dla trzech procesów z użyciem półproduktów PP2 uzyskanych w ramach etapu III.

L.p.	Masa półproduktu PP2 z etapu III [kg]	Stężenie półproduktu PP2 z etapu III [%]	Naczynie wyparne	Czas procesu [h]	Masa netto produktu P [kg]	Produkt P stężenie nadtlenku wodoru [%]
1	9,30	92,70	PG	3,5	7,33	98,14
2	9,24	90,91	PG	3,5	8,20	98,20
3	9,26	92,21	PG	4,0	8,12	98,50

W powyższej Tabeli nr 3 przedstawiono szczegółowo trzy procesy zatężania trzech porcji półproduktu drugiego PP2 z etapu trzeciego w ilościach i stężeniach uzyskanych według tabeli 2. Procesy zatężania w etapie czwartym prowadzono w trzecim zespole wyparki próżniowo rotacyjnej według rysunku fig. 2. Jak widać z tabeli nr 3 uzyskano produkt P:

- w pierwszym procesie w ilości 7,33 kg i w stężeniu 98,14%,
- w drugim procesie w ilości 8,20 kg i w stężeniu 98,20%,
- w trzecim procesie w ilości 8,12 kg i w stężeniu 98,50%.

Otrzymano produkt P o specyfikacji HTP zgodnej z normą MIL-PRF 16005F.

Na rysunku Fig. 1 przedstawiono zespół wyparki próżniowo rotacyjnej dla realizacji etapu pierwszego i drugiego procesu zatężania według wynalazku. Naczynie wyparne 1 usytuowane jest w łaźni wodnej 2 o temperaturze 60°C i zasilane surowcem w postaci nadtlenu wodoru czda o stężeniu 60% przewodem z zaworem odcinającym 3. Naczynie wyparne 1 stanowi okrągłodenna kolba napędzana silnikiem 4. Wylot z naczynia wyparnego stanowi przewód pary 5 zaopatrzony w czujnik termometru 6. Przewód pary 5 połączony jest z wlotem pary do chłodnicy 7 wyposażonej w agregat chłodzący 8. Przewód pary z chłodnicy 7 połączony jest z pompą próżniową 9 i zawiera czujnik manometru 10. Wylot destylatu z chłodnicy połączony jest w tym przykładzie wykonania poprzez zawory odcinające 3 z pierwszym naczyniem odbiorczym 11 i z drugim naczyniem odbiorczym 12. Wylot destylatu z naczynia odbiorczego 11 oraz 12 poprzez zawory odcinające 3 przyłączony jest do końcowego naczynia odbiorczego 13.

Na rysunku Fig. 2 pokazano drugi zespół wyparki próżniowo rotacyjnej dla realizacji etapu trzeciego zatężania nadtlenu wodoru według wynalazku. W tym przykładzie wykonania taki sam, trzeci zespół wyparki, jest wykorzystany do realizacji etapu czwartego procesu według wynalazku. Naczynie wyparne 1 usytuowane jest w łaźni wodnej 2 o temperaturze 60°C i zasilane jest surowcem w trzecim etapie procesu w postaci półproduktu PP1, zaś w czwartym etapie w postaci półproduktu PP2, przewodem z zaworem odcinającym 3. Naczynie wyparne 1 stanowi okrągłodenna kolba napędzana silnikiem 4. Wylot z naczynia wyparnego stanowi przewód pary 5 zaopatrzony w czujnik termometru 6. Przewód pary 5 połączony jest z wlotem pary do chłodnicy 7 wyposażonej w agregat chłodzący 8. Przewód pary z chłodnicy 7 połączony jest z pompą próżniową 9 i zawiera czujnik manometru 10. Wylot destylatu z chłodnicy połączony jest w tym przykładzie wykonania poprzez zawory odcinające 3 z naczyniem odbiorczym 11 wyposażonym w przewód odbioru półproduktu PP2. Produkt końcowy po procesie zatężania jest zmagazynowany w tym przykładzie wykonania w naczyniu wyparnym 1.

W opisanych przykładach wykonania użyto oddzielnych zespołów wyparki próżniowo rotacyjnej pokazanych na rysunku fig. 1 oraz fig. 2, dla etapu pierwszego i drugiego, dla etapu trzeciego oraz dla etapu czwartego, celem uniknięcia na kolejnych etapach zatężania, zanieczyszczeń pozostałych w poszczególnych elementach zespołu wyparki, po poprzednich etapach destylacji. Uniknięcie tych zanieczyszczeń jest warunkiem uzyskania wymaganego końcowego stężenia nadtlenu wodoru. Nie wyklucza się jednak przeprowadzenia procesu według wynalazku w innym przykładzie wykonania, w jednym zespole wyparki próżniowo rotacyjnej, przy wykorzystaniu oczyszczania tego zespołu wyparki po każdym etapie destylacji, przed kolejnym etapem destylacji, lub bez oczyszczania, jeśli ilość zanieczyszczeń jest w danym procesie akceptowalna.

Wykaz oznaczeń na rysunkach

1. Naczynie wyparne.
2. Łaźnia wodna.
3. Zawór odcinający.
4. Silnik.
5. Przewód pary.
6. Czujnik termometru.
7. Chłodnica.
8. Agregat chłodnicy.
9. Pompa próżniowa.
10. Czujnik manometru.
11. Pierwsze naczynie odbiorcze.
12. Drugie naczynie odbiorcze.
13. Końcowe naczynie odbiorcze.

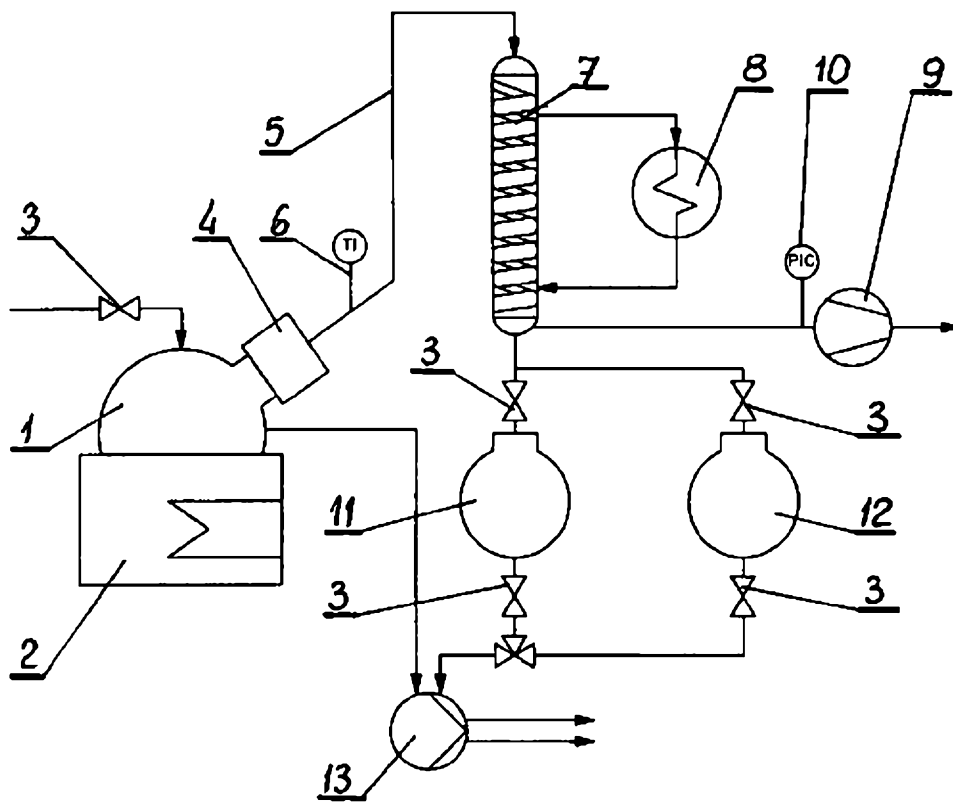
Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób zatężania nadtlenu wodoru polegający na tym, że wyjściowy nadtlenek wodoru o stężeniu od 50% do 70% umieszcza się w naczyniu wyparnym zespołu wyparki próżniowo rotacyjnej i poddaje się go destylacji próżniowej etapowo,
 - przy czym w pierwszym etapie wyjściowy nadtlenek wodoru poddaje się destylacji próżniowej pod ciśnieniem wstępnym pary od 10 mbar do 12 mbar i uzyskuje się wstępnie oczyszczony

półprodukt pierwszy PP1 w postaci nadtlenu wodoru o stężeniu od 80% do 93% w ten sposób, że w początkowym okresie destylacji odprowadza się pierwszy destylat D20 o stężeniu od 10% do 30% do naczynia odbiorczego, a po osiągnięciu temperatury pary nadtlenu wodoru od 29°C do 32°C,

- w drugim etapie zmienia się ciśnienie na wartość od 7 do 9 mbar i odbiera się drugi destylat D50 o stężeniu od 40% do 58% do naczynia odbiorczego,
 - przy czym po osiągnięciu temperatury pary od 32°C do 34°C zmienia się ciśnienie na wartość od 5 mbar do 7 mbar i dalej prowadzi się destylację odbierając w naczyniu odbiorczym półprodukt pierwszy PP1 o stężeniu od 80% do 93%,
 - po czym w etapie trzecim półprodukt pierwszy PP1 umieszcza się w naczyniu wyparnym i poddaje się go destylacji próżniowej przy ciśnieniu pary od 7 do 9 mbar i odbiera się w naczyniu odbiorczym trzeci destylat nadtlenu wodoru D75 o stężeniu od 70% do 80%, i po osiągnięciu temperatury pary od 35°C do 39°C ten trzeci destylat D75 przekazuje się z naczynia odbiorczego do naczynia zdawczego NZ, po czym prowadzi się destylację nadal w temperaturze od 40°C do 45°C oraz przy ciśnieniu pary od 7 mbar do 9 mbar i w naczyniu odbiorczym odbiera się półprodukt drugi PP2 o stężeniu nadtlenu wodoru od 90% do 95%,
- znamienny tym, że**
- w czwartym etapie półprodukt drugi PP2 o stężeniu od 90% do 95% umieszcza się w naczyniu wyparnym i prowadzi się destylację nadtlenu wodoru przy temperaturze pary od 44°C do 46°C i przy ciśnieniu pary od 7 mbar do 9 mbar, gdzie
 - odprowadza się do naczynia odbiorczego początkowo destylat D80 o stężeniu nadtlenu wodoru od 70% do 93%,
 - a następnie z naczynia wyparnego odbiera się produkt (P) o stężeniu od 96% do 99,5%.
2. Sposób zateżania według zastrz. 1, **znamienny tym**, że nadtlenek wodoru stanowiący destylat D80 uzyskany w czwartym etapie procesu zateżania, o stężeniu od 70% do 93%, przekazuje się do naczynia wyparnego trzeciego etapu jako półprodukt pierwszy PP1.
 3. Sposób zateżania według zastrz. 1, **znamienny tym**, że pozostałość zanieczyszczeń w naczyniu wyparnym w etapie drugim rozcieńcza się destylatem o stężeniu D20 od 10% do 30% i usuwa się z naczynia wyparnego.
 4. Sposób zateżania według zastrz. 1, **znamienny tym**, że destylat D50 z pierwszego etapu, o stężeniu od 40% do 58% przekazuje się ponownie do naczynia wyparnego w tym etapie pierwszym.
 5. Sposób zateżania według zastrz. 1, **znamienny tym**, że naczynie wyparne w zespole wyparki próżniowo rotacyjnej, stanowi kolba okrągłodenna umieszczona w łaźni wodnej o temperaturze od 55°C do 60°C, wyposażona w mechanizm napędu obrotu wokół osi symetrii tej kolby.
 6. Sposób zateżania według jednego z zastrzeżeń od 1 do 6, **znamienny tym**, że w etapie pierwszym i w etapie drugim proces destylacji prowadzi się w pierwszym zespole wyparki próżniowo rotacyjnej, w etapie trzecim proces destylacji prowadzi się w drugim zespole wyparki próżniowo rotacyjnej, zaś w etapie czwartym proces destylacji prowadzi się w trzecim zespole wyparki próżniowo rotacyjnej.

Rysunki

Fig. 1

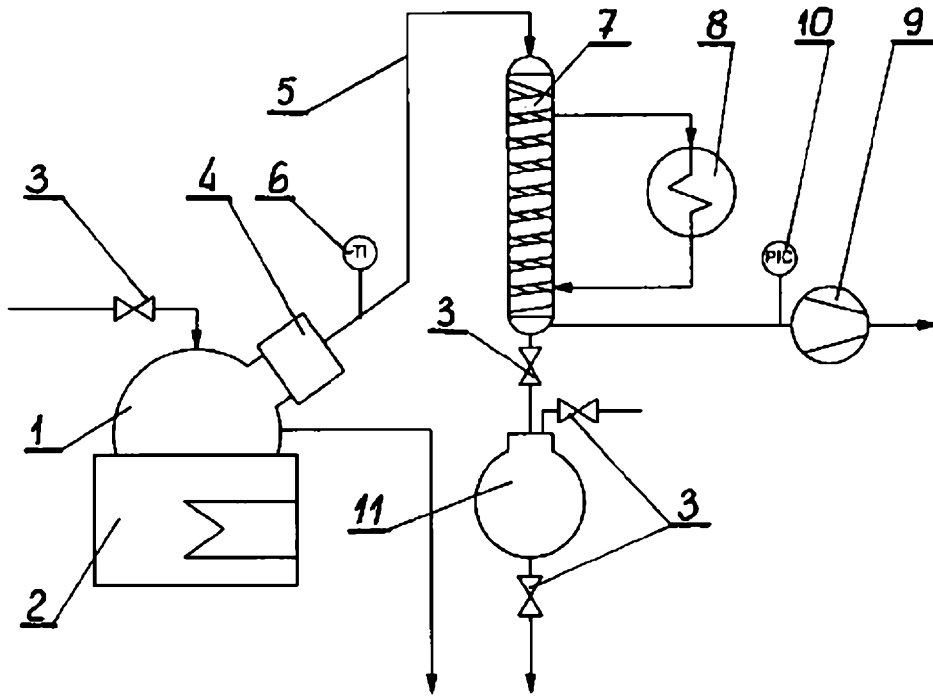


Fig. 2