

KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRIJSKE SVOJINE

KLASA 75 (3)

IZDAN 1 DECEMBRA 1938.

PATENTNI SPIS BR. 14479

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Frankfurt a. M., Nemačka.

Postupak za ponovno zasićenje so ih rastvora, dobivenih kod elektrolize
alkalnih hlorida.

Prijava od 27 decembra 1937.

Važi od 1 jula 1938.

Naznačeno pravo prvenstva od 31 decembra 1936 (Nemačka).

Poznato je, da je kod elektrolize sonih rastvora za postizanje visoke ekonomičnosti potrebno, da se održava sadržina soli elektrolitnog rastvora što je moguće visoka. Povećanje koncentracije soli dodatkom čvrste soli u elektrolit dovodi pak lako do smetnje u radu ćelija, zato se iz ćelija celishodno odazima jedan deo elektrolitnog rastvora postalog siromašnog na solima i po koncentrisanju sa solima istima opet dovodi. Ovaj način rada ipak predstavlja teškoće pri elektrolizi rastvora alkalnih hlorida, naročito po poznatom amalgamskom postupku, pošto iz ćelija za elektrolizu izvađeni rastvori dejstvuju usled njihove sadržine na hloru i hipohloritu jako korodirajući i zato zahtevaju za sprovođenike i uređaje za koncentraciju građevne materije, otporne prema kiselini.

Dalji nedostatak leži još u tome, da za koncentraciju sonih rastvora (Sole) najčešće ne stoji na raspoloženju čist alkali-hlorid, već prirodne soli, kao kamena so ili silvin, koje su skoro uvijek onečišćene solima kreča i magnezijuma. Ove soli izazivaju kod elektrolize naročito u ćeliji žive velike smetnje, zato je njihovo po mogućstvu potpuno odstranjenje iz sonih rastvora poželjno. Uobičajeno obaranje ovih nečistoća iz ponovno zasićenog rastvora putem alkalihidroksida, karbonata i drugih opet je neekonomično, pošto se jedan deo ovih sredstava za obaranje veže sa slobodnim hlorom, koji se nalazi u sonom rastvoru i taj poslednji se izgubi.

Već je pak poznat postupak, po kojem

se za izbegavanje gubitka hlora Ca i Mg taloži pomoću NaF. Praktično sprovođenje ovog postupka pokazalo se pak kao vrlo teško, pošto se nastajući talozi samo vrlo teško mogu potpuno odstraniti iz rastvora i pošto naročito nastajući fluoridi i u malim količinama smetajući dejstvuju pri elektrolizi rastvora.

Dalji nedostatak spomenutih dosadašnjih postupaka sastoji se u tome, što se hlorat, koji se stvara iz alkalihipohlorita uvek više obogati u sonom rastvoru. Zato se moralo do sada sa hloratom zasićeni rastvor od vremena do vremena odstraniti.

Prema predležećem pronalasku mogu se ovi nedostaci na taj način izbegnuti, što se elektrolitni rastvor, vađen iz ćelija, pre zasićenja podvrgava čišćenju, oslobađanjem od rastvorenog slobodnog hlora i od hipohlorita.

Odstranjivanje hlora iz elektrolitnog rastvora vrši se celishodno izduvavanjem. Pošto se pak hlor delimično nalazi u rastvorenom obliku, može se obradom elektrolita pomoću vazduha samo delimično odstraniti. Ostatak aktivnog hlora nalazi se u obliku hipohlorita i podhloraste kiseline. Ako se rastvoru hipohlorita sada dodaje najmanje toliko kiseline, da se celokupni alkalni hipohlorit pretvara u podhlorastu kiselinu i tek zatim izduvava sa vazduhom, onda se može cela količina hlora u kratkom vremenu potpuno odstraniti iz elektrolita. Umesto izduvavanja može se hlor odstraniti zagrevanjem rastvora ili primenom vakuma i u datom slu-

čaju ponovo dobiti.

Kao kiselina dodaje se celishodno hlorovodonična kiselina, pošto se usled toga opet stvara alkalihlorid, koji ne smeta u elektrolitu.

Dodavanje kiseline i izduvavanje može se udružiti na taj način, što se za izduvavanje umesto vazduha upotrebljava gas, koji se delimično rastvara u elektrolitu uz stvaranje kiseline, na pr. ugljendioksid. Pri tome nastupa na pr. sledeća reakcija: $\text{NaOCl} + \text{CO}_2 + \text{H}_2\text{O} = \text{HOCl} + \text{NaHCO}_3$

Ako kod opisanog načina rada još zaostaju male količine hlora, ove se mogu dodatkom redukcionih sredstava, na pr. sumporaste kiseline njene soli, sumporovodonik ili njegova jedinjenja i drugih odkloniti. Isto tako je moguće sa ovim dodacima očistiti elektrolit od hlorata. Za taj cilj vodi se na pr. na jednoj koloni sumporasta kiselina u neutralni ili slabo kiseli rastvor elektrolita. Ova obrada vrši se celishodno pri temperaturama iznad 50°C , pošto je pri ovoj temperaturi s jedne strane brzina reakcije dovoljno velika, da bi se u kratkom vremenu praktično potpuno izvršila i s druge strane, pošto je sposobnost za rastvaranje rastvora za sumporastu kiselinu pri ovoj temperaturi još dovoljna da rastvara celokupnu količinu SO_2 potrebnu za redukciju hlorata. Kod održavanja ovih uslova rada dospeva se u kratkom vremenu praktički potpuno provesti redukciju hlorata, rastvorenog u elektrolitu sa stehiometričkom količinom SO_2 .

Na taj način od aktivnog hlora oslobođeni rastvor može se na normalan način obogatiti sa hloralkalijom i osloboditi od nečistoća, kao što sa soli gvožđa, magnezijuma i kalcijuma, kao i od sulfata, na pr. obaranjem pomoću hidroksida, karbonata, jedinjenja barijuma (barium-karbonat). Pri tome je moguće izlaziti na kraj bez gubitka na hlora i alkalnih soli sa teoretski potrebnim količinama sredstava za obaranje i dobiti rastvor, čija elektroliza uspeva bez smetnje. Daljnja prednost ovog postupka leži u tome, što usled odsutnosti hlora u sonom rastvoru bivaju aparati za koncentraciju i za čišćenje znatno manje napadnuti i mogu biti izrađeni iz tog razloga i od manje otpornih materijala za građenje.

Naročito ekonomično može se nov postupak izvršiti u vezi sa nekom drugom radnom fazom amalgam-elektrolize: hlor koji proističe iz amalgamne ćelije, sadrži

uvek kao što je poznato izvesnu količinu vodonika, koji nastaje prevremenim raspadanjem amalgama u ćeliji uz odgovarajuću količinu hipohlorita. Taj se vodonik odstranjuje redovno na taj način, što se isti pretvara sa odgovarajućom količinom hlora u hlorovodoničnu kiselinu i ista se odstranjuje iz hlora putem pranja. U vezi sa predležecim pronalaskom postupka se celishodno na taj način, što se hlorni gas pere sa sonim rastvorom, koji treba koncentrisati, tako da se hlorovodonična kiselina neposredno iskorišćava za zakiselenje rastvora i za uništavanje hipohlorita.

Patentni zahtevi:

1.) Postupak za ponovno zasićenje sonih rastvora sa sadržinom hlora, dobivenih pri elektrolizi alkalnih hlorida, naznačen time, što se soni rastvor pre ponovnog zasićenja i pre tome sledećeg odstranjenja ma kojih nečistoća, oslobađa od rastvorenog slobodnog hlora i od hipohlorita.

2.) Postupak po zahtevu 1, naznačen time, što se sonim rastvorima za poništaj hipohlorita dodaju kiseline, celishodno hlorovodonična kiselina.

3.) Postupak po zahtevu 1 i 2, naznačen time, što se soni rastvori oslobađaju od hlornog gasa izduvavanjem zagrevanjem ili primenom vakama.

4.) Postupak po zahtevu 1-3, naznačen time, što se odstranjivanje hlornog gasa putem izduvavanja, zagrevanja ili primenom vakuma vrši posle obrade sa kiselinom.

5.) Postupak po zahtevu 1-3, naznačen time, što se za izduvavanje upotrebljava gas, koji se delimično rastvara u elektrolitu uz stvaranje kiseline, na pr. ugljendioksid.

6.) Postupak po zahtevu 1-5, naznačen time, što se dodaju redukciona sredstva, kao sumporasta kiselina ili njene soli, sumporovodonik ili njegova jedinjenja i druga, za odstranjivanje eventualno još prisutnih ostataka hlora ili hlorata.

7.) Postupak po zahtevu 1 i 2, naznačen time, što rastvor, koji treba čistiti, služi za pranje hlornog gasa, koji sadrži hlorovodonik i koji se dobiva pri elektrolizi, pri čemu se zakiselenje rastvora vrši prijemom hlorovodonika iz hlornog gasa, koji treba prati.