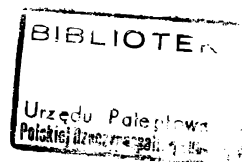


15 czerwca 1929 r.

2



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

col'd 9/06

Nr 9935.

Jegor I. Bronn
(Berlin-Charlottenburg, Niemcy).

Kl. ~~12-16~~

12b, 9/06

Sposób i urządzenie do wytwarzania azotanów.

Zgłoszono 11 lutego 1928 r.

Udzielono 26 stycznia 1929 r.

Pierwszeństwo: 16 kwietnia 1927 r. dla zastrz. 1—8; 17 czerwca 1927 r. dla zastrz. 10—12;
16 września 1927 r. dla zastrz. 9 (Niemcy).

Znane dotąd sposoby wytwarzania azotanu potasowego z kwasu azotowego i chlorku potasu polegają przeważnie na ogrzewaniu mieszanin obu materiałów surowych w celu wypędzenia kwasu solnego. Wszystkie te metody mają różne wady, gdyż reakcja ustaje z reguły, gdy nastąpiło już 80% przemiany, przyczem powstaje bezwartościowa mieszanina kwasowa, zawierająca około 80% HNO_3 . Jeżeli się chce rozłożyć tę mieszaninę przez frakcjonowaną destylację, to kwas azotowy rozkłada się, a równocześnie powstaje zwykły chlor. Metody te nie rozpowszechniły się, bo są nieekonomiczne z powodu nieuniknionych strat kwasu azotowego.

Okazało się, że można przeprowadzić

reakcję między chlorkiem potasu i kwasem azotowym prawie dokładnie ilościowo, to znaczy uzyskuje się powyżej 99% azotanu potasu (w odniesieniu do użytego kwasu azotowego), jeżeli przeprowadza się proces w następujący sposób.

Szybowy zbiornik 1 wykonany z kamienia (lub innego materiału odpornego na działanie) i posiadający w pewnej odległości od dna ruszt 2 napienia się chlorkiem potasu 3 w kawałkach. Poniżej rusztu wchodzi do zbiornika kilka rur. Rurą 4 wprowadza się pary kwasu azotowego, zawierającego wodę, a rurą 5 nieco przegrzaną parę wodną. Można też wprowadzać mieszaninę kwasu azotowego i pary wodnej wspólną rurą.

Okazało się, że w miarę jak mieszanina pary wodnej i kwasu azotowego wnika w warstwę chlorku potasu, to pod dolną warstwą wytwarza się azotan potasu, a ponieważ ten ostatni rozpuszcza się w gorącej wodzie znacznie łatwiej, aniżeli chlorek potasu, więc pod rusztem 2 gromadzi się roztwór prawie czystego azotanu potasu 6, który odciąga się periodycznie za pomocą lewaru 7, zaopatrzonego w zawór 8. Roztwór azotanu potasu jest tak silnie stężony, że ostygając zamienia się na krystaliczny gąszcz. Jeżeli zbiornik 1 jest dostatecznie wysoki, to mieszanina pary wodnej i kwasu solnego, uchodząca rurą 9, nie zawiera prawie wcale kwasu azotowego i tlenków azotu. Jeżeli pary te skrapla się, to już w pierwszym naczyniu kondensacyjnym powstaje kwas solny zawierający około 15% HCl , a uchodząca para jest prawie wolna od kwasu i ogrzana do mniej więcej $130^{\circ}C$ może być znowu wprowadzona do zbiornika 1 (z domieszką świeżej pary). Para ta służy do pewnego stopnia jako przenośnik naprzód kwasu azotowego, a w końcu kwasu solnego, natomiast w międzyczasie wyługuje azotan potasu. Zużywa się tej pary tylko tyle, ile potrzeba do rozpuszczania chlorku potasu i kwasu solnego, natomiast reszta (60—75%) pozostaje w obiegu i trzeba ją tylko ogrzać do $130^{\circ}C$.

Proces może być prowadzony nieprzerwanie. Wrzucanie chlorku potasu może się odbywać np. zapomocą znanego urządzenia składającego się z leju wysypowego z ślimakiem 12.

Naogół trzeba pracować w ten sposób, żeby mieć pod rusztem 2 mieszaninę par, zawierającą na jedną jednostkę wagową kwasu azotowego 10—15 części wody, przyczem temperatura powinna wynosić 120° — 130° . Przy tej temperaturze rozkłada się również chlorek potasu, zawarty ewentualnie w roztworze 6, a jednocześnie zapobiega się powstawaniu w roztworze 6

wolnego kwasu azotowego, który przy tej temperaturze uchodzi wskutek parowania.

Przy tym sposobie nie trzeba używać chlorku potasu w stanie stałym, gdyż mieszaninę kwasu azotowego i pary wodnej, ogrzaną do $130^{\circ}C$, można przeprowadzać przez roztwór chlorku potasu i w ten sposób wypędzić całkowicie kwas azotowy bez znaczniejszych strat. Powyższy proces można przeprowadzać również w sposób ciągły, używając w tym celu kolumny 1, zaopatrzonej np. w pierścienie Raschig'a, przez które przesącza się roztwór chlorku potasu mniej lub więcej stężony. Wznosząca się mieszanina kwasu azotowego i pary wodnej rozkłada wspomniany roztwór tak samo, jak chlorek potasu w stanie stałym. W omawianym przypadku kolumna musi być z reguły nieco wyższa, przyczem dobrze jest wprowadzać mieszaninę kwasu azotowego i pary do basenu 6, aby rozłożyć chlorek potasu, zawarty ewentualnie w znajdującej się tam cieczy.

Wspomniano już na wstępie, że przy zwykłym polewaniu roztworu chlorku potasu kwasem azotowym powstaje łatwo krystaliczny gąszcz, który zawiera około 80% kwasu azotowego w postaci związku z potasem. Jeżeli taki gąszcz odwirowywać, to otrzymuje się ciecz zawierającą 20% kwasu azotowego, przeprowadzając ją przez kolumnę razem z ługiem chlorku potasu naprzeciw wznoszącej się mieszaniny kwasu azotowego i pary wodnej.

W wyżej omówionych procesach zależy niewiele na stężeniu pierwotnego kwasu azotowego, gdyż kwas ten i tak rozcieńcza się parą wodną. Zamiast czystego kwasu azotowego mogą mieć zastosowanie odpowiednie tlenki azotu, względnie mieszaniny tlenków azotu z powietrzem lub tlenkiem, to znaczy mieszaniny powstające przy spalaniu azotu powietrza w piecach o łuku świetlnym, albo przy katalitycznym spalaniu amonjaku. Gdyby się okazało, że gotowy produkt, więc saletra, zawiera nie-

co wolnego kwasu (co wpływałoby szkodliwie szczególnie na opakowanie), to najlepiej zobojętnić tę domieszkę kwasu przez dodanie niezmiernie małej ilości wapna, alkaliów albo ich węglanów. Ponieważ otrzymana w ten sposób saletra służy przede wszystkim jako nawóz, więc nieznaczne domieszki innych soli lub nierozłożonego chlorku są bez znaczenia. Tak samo jak chlorek potasu można też przerabiać chlorek sodu na azotan.

Opisany proces może mieć także zastosowanie do przeróbki surowych soli potasowych, przyczem można ich używać w stanie stałym lub w roztworze. Przy użyciu surowej soli zaleca się odpowiednie wzajemne dostosowanie temperatury, stężenia i prędkości przepływu mieszaniny kwasu azotowego i pary wodnej, aby mieszanina ta działała więcej rozpuszczająco aniżeli azotująco. Jeżeli potem oprócz azotanu potasu powstaną jeszcze inne azotany, to te ostatnie zamieniają się znowu na chlorki pod działaniem spływającego chlorku potasu, przyczem powstaje jednocześnie azotan potasu.

Ze składników mieszaniny soli surowych można też wytwarzać mieszaninę azotanów, a roztwór, zbiegający się pod rusztem kolumny, mieszać ze świeżą solą surową, przyczem wykryształizowuje głównie azotan potasu, a inne azotany zamienia się zpowrotem na chlorki.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób otrzymywania azotanu potasu z chlorku potasu i kwasu azotowego, znamienny tem, że chlorek potasu miesza się z równoważną ilością kwasu azotowego, poczem przeprowadza się przez tę mieszaninę wielką ilość (np. dziesięciokrotną) pary wodnej, przegrzanej do 110—130°C.

2. Sposób otrzymywania azotanu potasu, znamienny tem, że materiał w większych bryłach, zawierający chlorek potasu,

poddaje się działaniu mieszaniny par kwasu azotowego z wielką ilością (np. 15-to krotną) przegrzanej pary wodnej, przyczem z wymienionego materiału spływa roztwór azotanu potasu.

3. Sposób według zastrz. 2, znamienny tem, że zamiast brył materiału, zawierającego chlorek potasu, stosuje się roztwór zawierający chlorek potasu i prowadzoną naprzeciw wznoszącą się mieszaninę par kwasu azotowego i pary wodnej.

4. Sposób według zastrz. 3, znamienny tem, że oprócz roztworu zawierającego chlorek potasu prowadzi się także naprzeciw mieszaniny par kwasu azotowego i pary wodnej ług, który powstaje przy mieszanii chlorku potasu i kwasu azotowego.

5. Sposób według zastrz. 1, 2 i 3, znamienny tem, że zamiast gotowego kwasu azotowego używa się gazów lub par rozcieńczonego kwasu azotowego albo innych odpowiednich tlenków azotu zawierającego powietrze lub tlen, takich jakie powstają przy spalaniu powietrza w łukowym piecu elektrycznym albo przy katalitycznym spalaniu amoniaku.

6. Sposób według zastrz. 1—4, znamienny tem, że w uchodzącej mieszaninie pary wodnej i kwasu solnego skrapla się ten ostatni w skraplaczach, otrzymując 10 do 20%-wy kwas solny, a pozostałą nieskroploną parę wodną, wolną prawie zupełnie od kwasu, miesza się z świeżą parą przegrzaną i kwasem azotowym, aby użyć znowu tej mieszaniny do działania na chlorek potasu.

7. Urządzenie do wytwarzania azotanu potasu (saletry potasowej) zaopatrzone w szybowy zbiornik (kolumnę), do którego wrzuca się zgóry w kawałkach ładunek materiału, zawierającego chlorek potasu, natomiast w przeciwnym kierunku wprowadza się przegrzaną parę wodną i parę kwasu azotowego, przyczem powstający roztwór azotanu potasu zbiera się pod rusztem i jest ogrzewany przez dopły-

wającą mieszaninę pary wodnej i pary kwasu azotowego do takiej wysokiej temperatury, że roztwór saletry nie zawiera wolnego kwasu.

8. Urządzenie według zastrz. 7, znamiennie tem, że zbiornik jest napełniony bryłami materiału odpornego na działanie kwasów albo pierścieniami Raschig'a, przez które przesącza się roztwór zawierający chlorek potasu.

9. Sposób wytwarzania saletry sodowej, znamiennie tem, że chlorek sodu przerabia się jednym ze sposobów podanych w zastrzeżeniach 1—8.

10. Sposób według jednego lub kilku zastrzeżeń 1—8, znamiennie tem, że mieszaniną par kwasu azotowego i wody działa się na surowe oleje, zawierające mieszaniny chlorków.

11. Sposób według zastrz. 10, znamiennie tem, że warunki pracy reguluje się tak, aby istniała zawsze pewna ilość chlor-

ku potasu dostateczna do przemiany powstających azotanów innych metali na azotan potasu.

12. Sposób według zastrz. 10, znamiennie tem, że do roztworu soli, powstałego przez reakcję surowych soli z mieszaniną par kwasu azotowego i wody, dodaje się sól zawierającą chlorek potasu (w stanie stałym lub w roztworze) aby przemienić możliwie bez reszty azotany innych metali na azotan potasu.

13. Sposób wytwarzania azotanów według jednego lub kilku z zastrzeżeń 1—12, znamiennie tem, że otrzymany azotan podaje się dodatkowo działaniu środków alkalicznych, w celu związania zawartego w nim wolnego kwasu.

J e g o r I. B r o n n.
Zastępca: Dr. inż. M. Kryzan,
rzecznik patentowy.

