

31 marca 1927 r.



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

CO16 7/04

Nr 5320.

Walenty Dominik
(Skierniewice, Polska).

Kl. 12-12
12.0.7/04

**Metody oddzielania chlorku nitrozylu od chloru
i powrotnej przeróbki *NOCI* na kwas azotowy.**

Zgłoszono 22 grudnia 1924 r.
Udzielono 7 lipca 1926 r.

W reakcji kwasu azotowego z kwasem solnym powstaje mieszanina gazowa chlorku nitrozylu i chloru, które to gazy łatwo zpowrotem w obecności wody reagują, odtworząc kwas azotowy i solny. Ta ostatnia właściwość mieszaniny nadzwyczajnie utrudnia zużytkowanie wymienionej reakcji do fabrykacji chloru. Chcąc w ten sposób otrzymać chlor i równocześnie z chlorku nitrozylu odzyskać azot w postaci kwasu azotowego, należało znaleźć praktyczny sposób rozdzielania tej mieszaniny w stanie bezwodnym, względnie w warunkach, któreby wpływ szkodliwy wody eliminowały. Dotychczasowe metody próbowały sprawę tę rozwiązać przy pomocy kwasu siarkowego, który jednak, prowadząc do nowego pro-

duktu t. j. kwasu nitrozylsiarkowego, utrudnia i powiększa w znacznym stopniu koszty regeneracji kwasu azotowego.

Niniejszy wynalazek obiera inną drogę do uzyskania wymienionego celu. Okazało się mianowicie, że Cl_2 i *NOCI* bardzo się różnią rozpuszczalnością w różnych rozpuszczalnikach nieorganicznych np. w stężonych kwasach azotowym lub solnym, i że mianowicie chlorek nitrozylu rozpuszcza się w tych cieczach bez porównania łatwiej niż chlor, następnie zaś daje się z takich roztworów oddestylowywać.

Również okazało się, że suchy skroplony *NOCI* nie tylko nie reaguje z chlorem, ale go również w nieznacznej tylko ilości rozpuszcza, przyczem z takiego roztworu

daje się ta mała ilość chloru łatwo przez frakcjonowaną destylację oddzielić. Punkt wrzenia *NOCl* pod ciśnieniem atmosferycznym wynosi — 5°C, punkt wrzenia chloru — 33°C. Wobec tego wydzielenie *NOCl* przez skroplenie można pod ciśnieniem atmosferycznym osiągnąć dopiero w temperaturach poniżej — 5°C i to mianowicie tem niższych, im mniejsza jest prężność cząstkowa chlorku nitrozyłu. Zwiększenie ciśnienia albo dodanie rozpuszczalnika zwłaszcza wymienionego poprzednio kwasu azotowego, który w temperaturze pokojowej rozpuszcza do 10% *NOCl* pozwala to rozdzielanie uskutecznić także przy temperaturze zwyczajnej, z drugiej strony jednak korzystać tę opłaca się zwiększonym zużyciem energii na sprężenie mieszaniny gazowej względnie na oddestylowanie *NOCl* z roztworu.

Przedstawiony tutaj sposób rozdzielania chloru od chlorku nitrozyłu posiada wielkie zalety w porównaniu ze znanym dotąd sposobem rozdzielania zapomocą stężonego kwasu siarkowego, który daje z chlorkiem nitrozyłu bardzo trwałe kwas nitrozylosiarkowy, wymagający poważnego zużycia energii dla jego rozkładu na tlenki azotu, względnie dalej na kwas azotowy. W przeciwieństwie do tego chlorek nitrozyłu wyodrębniony w jeden z powyższych sposobów daje się łatwo pod wpływem wody i tlenu przeprowadzić w mieszaninę kwasów solnego i azotowego, która daje się użyć zpowrotem do otrzymywania mieszaniny chloru i chlorku nitrozyłu po uzupełnieniu chlorowodorem.

Jak stąd widać przedstawiona nowa metoda pozwala w rezultacie w łatwy i tani sposób zapomocą jednej i tej samej ilości kwasu azotowego przeprowadzić nieograniczone niemal ilości chlorowodoru na czysty chlor.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Metoda oddzielania chlorku nitrozyłu od chloru i powrotnej przeróbki *NOCl* na kwas azotowy, znamienna tem, że mieszaninę gazową, zawierającą Cl_2 i *NOCl* oziębia się zależnie od zastosowanego ciśnienia do temperatury od + 20°C do — 30°C celem skroplenia *NOCl*.

2. Metoda oddzielania chlorku nitrozyłu od chloru i powrotnej przeróbki *NOCl* na kwas azotowy, znamienna tem, że mieszaninę gazową, zawierającą Cl_2 i *NOCl* traktuje się według zastrz. 1, lecz w obecności kwasu azotowego o koncentracji przynajmniej 36° Bé celem przeprowadzenia *NOCl* w fazę płynną.

3. Metoda oddzielania chlorku nitrozyłu od chloru i powrotnej przeróbki *NOCl* na kwas azotowy, znamienna tem, że otrzymany według zastrz. 1 lub oddestylowany z roztworu uzyskanego według zastrz. 2, chlorek nitrozyłu traktuje się wodą w obecności tlenu celem przeprowadzenia zawartego w nim azotu w formę kwasu azotowego.

W a l e n t y D o m i n i k.