

25 września 1928 r.

URZĄD PATENTOWY



50/6 PROZ

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ OPIS PATENTOWY

Nr 8587.

Walenty Dominik
(Skierniewice, Polska).

Kl. 12-16

12.6, 9/04

Metoda otrzymywania azotanów oraz suchej mieszaniny Cl_2 i $NOCl$ z chlorków metali i wodnych roztworów HNO_3 .

Zgłoszono 11 marca 1925 r.

Udzielono 16 marca 1928 r.

Otrzymywanie azotanów z chlorków i syntetycznego kwasu azotowego przedstawia się bardzo korzystnie, o ile można równocześnie chlor otrzymać w postaci wolnej. Do wielu celów może się również nadawać sucha mieszanina Cl_2 i $NOCl$ z której zresztą można także według znanych metod wydzielić czysty chlor. Niniejszy wynalazek pozwala właśnie otrzymać z technicznych wodnych roztworów kwasu azotowego i chlorków metali suchą mieszaninę Cl_2 i $NOCl$ obok odpowiedniego azotanu.

Oazało się, że do osiągnięcia tego trzeba reakcję przeprowadzać w dużym nadmiarze kwasu azotowego tak, aby jeszcze po reakcji koncentracja HNO_3 w roztworze była przynajmniej siedmionormalna

(7 n), co jednocześnie pozwala prawie całkowicie daną ilość chlorku przeprowadzić na azotan i utrzymywać prężność pary wodnej na niskim poziomie przy stosunkowo wysokiej temperaturze. Jeżeli wydzielające się przy tem gazy ochładza się do temperatury zwyczajnej w kolumnie deflegmacyjnej, to otrzymuje się w rezultacie czystą mieszaninę Cl_2 i $NOCl$ prawie bez wody i bez kwasu azotowego.

Po usunięciu w ten sposób chloru można następnie z pozostałego roztworu, przed albo po wydzieleniu z niego saletry, podgrzewając do wyższej temperatury i stosując deflegmację, odpędzić część wody i w ten sposób zagęścić kwas do tego stopnia, że można nim nowe ilości chlorków w ten sam sposób rozłożyć. Wobec dużej roz-

puszczalności saletry wskazanem jest dla uniknięcia niepotrzebnych strat ciepła wykryształizowywać saletrę nie po każdorazowym wypędzeniu chloru, lecz co jakiś czas, gdy jej koncentracja odpowiednio wzrosnie.

Jako przykład może posłużyć następujące doświadczenie. 100 cm³ HNO_3 11,5 normalnego (ciężar właściwy 1,34) ogrzewa się z 16 g KCl z chłodnicą zwrotną. Gdy temperatura roztworu osiągnie około 105° i około 90% chlorku ujdzie z roztworu jako Cl_2 i $NOCl$, wtedy ogrzewa się silniej i prowadząc pary przez deflegmator oddestylowuje się około 16 g wody. Pozostały roztwór można ogrzewać znowu z dwunastu gramami chlorku potasu i znowu osiągnie się do 105°C prawie całkowite wypędzenie chloru.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Metoda otrzymywania azotanów oraz suchej mieszaniny Cl_2 i $NOCl$ z chlorków metali i wodnych roztworów HNO_3 , znamienna tem, że chlorki metali traktuje się na ciepło takim nadmiarem kwasu, za-

wierającego więcej niż 440 g HNO_3 w 1 l, ażeby różnica między stężeniem HNO_3 a 1,33-krotnem stężeniem jonów Cl^- , wyrażonem w równoważnikach gramowych na 1 l, była nie mniejszą od 7.

2. Metoda otrzymywania azotanów według zastrz. 1, znamienna tem że wydzielające się podczas reakcji gazy ochładza się w kolumnie deflegmacyjnej do temperatury zwyczajnej celem usunięcia z nich par H_2O i HNO_3 .

3. Metoda otrzymywania azotanów według zastrz. 1 i 2, znamienna tem, że po odpędzeniu przeważającej ilości chloru roztwór podgrzewa się silniej i z zastosowaniem kolumny deflegmacyjnej oddestylowuje część wody, poczem znowu zagęszczonym roztworem traktuje się nową porcję chlorków.

4. Metoda otrzymywania azotanów, znamienna tem, że co jakiś czas roztwór, otrzymany według zastrz. 1 lub 3, oziębia się celem wykryształizowania azotanów, poczem ług pokryształiczny traktuje się według zastrz. 1, względnie 3.

Walenty Dominik.