

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

119 042

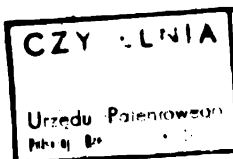
Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 10.02.79 (P. 213389)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 08.09.80

Opis patentowy opublikowano: 31.01.1984



Int. Cl.³.

C01D 9/14

Twórcy wynalazku: Andrzej Dyaczyński, Edward Bednarski, Józef Hensel,
Stefan Włoczyk, Bogusława Wyrwa

Uprawniony z patentu: Zakłady Azotowe im. Pawła Findera, Chorzów (Polska)

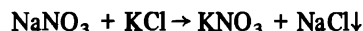
Sposób wytwarzania azotanu potasowego

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania azotanu potasowego przez konwersję azotanu sodowego chlorkiem potasowym w roztworze wodnym.

Azotan potasowy stosuje się między innymi do wyrobu materiałów wybuchowych, szkła i emalii oraz jako składnik stopów do przenoszenia ciepła.

Wymaga się, aby azotan potasowy pozbawiony był chlorku sodowego. Obecność chlorku sodowego obniża bowiem zdolność eksplozyjną materiałów wybuchowych, zmienia temperaturę krzepnięcia i lepkość stopów przenoszących ciepło.

Znany jest sposób wytwarzania azotanu potasowego przez reakcję podwójnej wymiany chlorku potasu z azotanem sodowym w roztworze wodnym według reakcji:



Reakcję prowadzi się w temperaturze powyżej temperatury ekwimolarnej rozpuszczalności chlorku sodowego i chlorku potasowego, wynoszącej 70°C, aż do temperatury 115–120°C. Powstałe kryształy chlorku sodowego usuwa się z roztworu w dowolny sposób a następnie roztwór chłodzi się powodując krystalizację azotanu potasowego. Aby zmniejszyć rozpuszczalność chlorku sodowego utrzymuje się nadstechiometryczną ilość kationów sodowych, wprowadzając do środowiska reakcji nadmiar azotanu sodowego w stosunku do chlorku potasowego. Nie zapobiega to jednak wykrystalizowaniu obok azotanu potasowego znacznych ilości zanieczyszczeń chlorku sodowego. Ilość chlorku sodowego w produkcie krystalizacji wynosi 7 do 9% wagowych. Powoduje to konieczność dalszego oczyszczania surowego azotanu potasowego przez rekrystalizację. W tym celu rozpuszcza się krystaliczną mieszaninę azotanu potasowego i chlorku sodowego w wodzie lub w roztworze macierzystym z rekrystalizacji azotanu potasowego, sporządzając roztwór o stężeniu 170 g do 250 g azotanu potasowego na 100 g wody, przy czym na 100 rozpuszczonych moli azotanu potasowego jest rozpuszczone 11–20 moli chlorku sodowego. Temperatura stosowana w czasie rozpuszczania wynosi 80–100°C. Po ochłodzeniu roztworu następuje krystalizacja azotanu potasowego. W wyniku tego zabiegu otrzymuje się azotan potasowy zanieczyszczony niewielkimi ilościami chlorku sodowego oraz roztwór macierzysty z rekrystalizacji. Roztwór macierzysty

z rekrytalizacji po oddzieleniu azotanu potasowego zużywa się częściowo przez dodanie go do roztworu, w którym będzie prowadzona konwersja azotanu sodowego chlorkiem potasowym. Roztwór macierzysty po rekrytalizacji zużywa się również częściowo do rozpuszczania nowych porcji krystalicznej mieszaniny azotanu potasowego i chlorku sodowego przed rekrytalizacją.

Znany jest również z opisu patentowego PRL nr 45895 inny sposób wytwarzania azotanu potasowego przez konwersję azotanu sodowego chlorkiem potasowym. Zgodnie z tym opisem patentowym reakcję konwersji prowadzi się w temperaturze 115°C w roztworze o gęstości $d = 1,58 - 1,62 \text{ g/cm}^3$ zawierającym substraty w stosunku molowym $\text{NaNO}_3 : \text{KCl} = 9,8 : 8,7$.

Roztwór pozostający po wytrąceniu i odsączeniu chlorku sodowego rozcieńcza się wodą do gęstości $1,41 - 1,43 \text{ g/cm}^3$ a następnie poddaje krystalizacji. W rozcieńczonym roztworze stężenie azotanu potasowego wynosi $110 - 170 \text{ g}$ na 100 g wody. W wyniku tak prowadzonej krystalizacji otrzymuje się wprowadzie azotan potasowy zawierający mniejsze ilości chlorku sodowego niż w sposobie opisanym poprzednio, jednak zawartość NaCl dochodzi do 2% wagowych. Jest to poważna wada znanego sposobu, ponieważ chcąc uzyskać azotan potasu o odpowiedniej, zgodnej z żądaniami czystości należy go przemywać znaczną ilością ciepłej wody. Podczas takiego zabiegu udaje się obniżyć zawartość NaCl do $0,06\%$ wagowych ale jednocześnie rozpuszcza się duża ilość azotanu potasowego dochodzącą nawet do $2/5$ całej wykrystalizowanej masy. Powoduje to odprowadzanie znacznej części produktu do roztworu używanego jako dodatek do konwersji nowych porcji azotanu sodowego chlorkiem potasu, zwiększając niepotrzebnie jego objętość. Ponieważ woda doprowadzona przez przemywanie do tego roztworu musi zostać odparowana, tak prowadzony proces stwarza konieczność rozbudowy urządzeń wyparnych i powoduje nadmierne zużywanie ciepła. Następną wadą znanego sposobu jest fakt, że rozcieńczanie wodą stężonego roztworu azotanu potasu z chlorkiem sodowym obniża stężenie nie tylko chlorku sodowego lecz również azotanu potasowego i prowadzi do niższej wydajności krystalizacji.

Według wynalazku roztwór pozostający po wytrąceniu i odsączeniu chlorku sodowego rozcieńcza się roztworem azotanu potasowego o niższym stężeniu, zawierającym niewielką ilość chlorku sodowego. Stosuje się w tym celu wodny roztwór azotanu potasowego o stężeniu $13 - 64 \text{ g}$ azotanu potasowego w 100 g wody zawierający chlorek sodu w ilości nie większej niż 8 moli NaCl na 100 moli KNO_3 . Oba roztwory miesza się ze sobą w takim stosunku, aby stężenie azotanu potasu w powstałym roztworze wynosiło $120 - 250 \text{ g}$ na 100 g wody. Otrzymany roztwór poddaje się krystalizacji przez ochłodzenie a następnie azotan potasowy oddziela się od roztworu i poddaje się rekrytalizacji z wody. Jako roztwór do rozcieńczania korzystnie jest zastosować roztwór macierzysty z rekrytalizacji azotanu potasowego. Postępując w sposób zgodny z wynalazkiem otrzymuje się po pierwszej krystalizacji produkt zawierający mniej chlorku sodowego niż otrzymany znanymi sposobami, przy czym uzyskuje się znaczne podwyższenie wydajności krystalizacji. Poza tym nie powoduje się nadmiernego rozcieńczania roztworu używanego do konwersji azotanu sodowego chlorkiem potasowym. Po rekrytalizacji otrzymuje się bardzo czysty produkt o czystości zbliżonej do odczynnikowego azotanu potasowego.

Przykład. Pobiera się 700 cm^3 roztworu z instalacji produkcyjnej azotanu potasowego. Jest to roztwór o gęstości $1,61 \text{ g/cm}^3$ i stężeniu $349,0 \text{ g KNO}_3$ i $34,2 \text{ g NaNO}_3$ oraz $133,6 \text{ g NaCl}$ w 100 g wody. Temperatura roztworu wynosi 117°C . Jako roztwór do rozcieńczania stosuje się odpadkowy roztwór o stężeniu 57 g KNO_3 na 100 g wody, przy czym na 100 moli KNO_3 przypada $5,1 \text{ mola NaCl}$. Miesza się 700 cm^3 roztworu z instalacji produkcyjnej z 300 cm^3 roztworu odpadkowego. Otrzymana mieszanina zawiera 210 g KNO_3 i $16,8 \text{ g NaNO}_3$ oraz $94,2 \text{ g NaCl}$ w 100 g wody, przy gęstości roztworu $1,47 \text{ g/cm}^3$. Następnie rozpoczyna się chłodzenie otrzymanego roztworu. Po ochłodzeniu do temperatury 26°C odsąca się osad, lekko przemywa się go wodą i suszy w suszarce. W wyniku tego otrzymuje się azotan potasowy zanieczyszczony $0,055\%$ wagowych NaCl .

Zastrzeżenie patentowe

1. Sposób wytwarzania azotanu potasowego przez konwersję azotanu sodowego chlorkiem potasowym w temperaturze $100 - 125^{\circ}\text{C}$ pod normalnym ciśnieniem w roztworze wodnym o gęstości do $1,62 \text{ g/cm}^3$ zawierającym substraty w stosunku molowym NaNO_3 do KCl nie mniejszym niż jeden, przy czym z otrzymanego roztworu poreakcyjnego wytrąca się chlorek sodu a powstały roztwór rozcieńcza się, poddaje krystalizacji przez ochłodzenie po czym KNO_3 oddziela się od roztworu i poddaje rekrytalizacji z wody, z n a m i e n n y t y m, że rozcieńczanie roztworu pozostającego po wytrąceniu NaCl prowadzi się za pomocą wodnego roztworu azotanu potasowego o stężeniu $13 - 64 \text{ g}$ azotanu potasowego w 100 g wody zawierającego chlorek sodowy w ilości nie większej niż 8 moli NaCl na 100 moli KNO_3 , do stężenia $120 - 250 \text{ g KNO}_3$ na 100 g wody.

2. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że do rozcieńczania roztworu pozostającego po wytrąceniu NaCl używa się roztwór po rekrytalizacji azotanu potasowego.