

KAISERLICHES



PATENTAMT.

# PATENTSCHRIFT

— № 280967 —

KLASSE 12*i*. GRUPPE 27. *28*

AUSGEBEN DEN 2. DEZEMBER 1914.

## OESTERREICHISCHER VEREIN FÜR CHEMISCHE UND METALLURGISCHE PRODUCTION IN AUSSIG A. E.

Verfahren zur Darstellung von Salpetersäure aus Nitrat und Schwefelsäure.

Patentiert im Deutschen Reiche vom 27. Januar 1914 ab.

Für diese Anmeldung ist gemäß dem Unionsvertrage vom 2. Juni 1911 die Priorität auf Grund der Anmeldung in Österreich vom 5. November 1913 beansprucht.

Seit alten Zeiten wird Salpetersäure durch Zersetzen von Nitraten mit Säuren, besonders Schwefelsäure, dargestellt.

Die allgemein übliche Form der Darstellung von Salpetersäure ist die Zersetzung von Chilisalpeter (Natronsalpeter) mit Schwefelsäure, wobei das Quantum der Schwefelsäure derart bemessen wird, daß sich ein halbsaures Sulfat bildet, also ein Natriumsulfat mit rund 30 Prozent freier Säure.

Diese Zersetzung gelingt sehr gut, man hat nur behufs Vollständigkeit derselben darauf zu achten, zum Schlusse der Operation die Temperatur entsprechend hoch zu steigern, um die erforderliche Dünnpflüssigkeit der Charge zu erreichen. Hierbei und schon vorher geschieht es bei unvorsichtiger Feuerleitung sehr leicht, daß ein Hochsteigen und damit ein Übersteigen der Schmelze eintritt. Infolge der hohen Temperatur ergeben sich noch andere Übelstände, so die Verunreinigung des Destillates mit Schwefelsäure und teilweise Zersetzungen, welche sich als Ausbringensverluste an Salpetersäure ausdrücken.

Daß es möglich ist, auch Ammonnitrat mit Schwefelsäure ebenso wie Chilisalpeter zu zersetzen, unterliegt keinem Zweifel. Doch würde man bei der gleichen Arbeitsweise wie oben

wegen der Höhe der erforderlichen Temperatur wesentliche Verluste am Salpetersäureausbringen erleiden, denn das Ammonnitrat schmilzt nach Berthelot schon bei 152°C, und es beginnt bei dieser Temperatur bereits, wenn die Arbeit in Eisengefäßen erfolgt, die Zersetzung. Bei 185°C zerfällt das Salz schon völlig unter N<sub>2</sub>O-Abspaltung.

Die Erfindung besteht nun darin, die Menge der Zersetzungsschwefelsäure so zu bemessen, daß die vollständige Austreibung der Salpetersäure schon unter 152°C bzw. 185°C beendet ist. Dies erreicht man leicht durch eine Dosierung, bei welcher auf 1 Molekül Ammonnitrat mindestens 1 Molekül Schwefelsäure entfällt. Hierbei erfolgt schon ein vollständiges Schmelzen des Reaktionsproduktes und damit vollständige Austreibung der Salpetersäure, ohne daß Ammonnitrat zerstört wird, und zwar bei Temperaturen, die nicht wesentlich über 120°C hinaus gehen.

Wichtige Vorteile dieser Arbeitsweise sind:

1. Erzielung eines höheren, nahezu theoretischen Ausbringens an Salpetersäure,
2. wesentlich geringerer Untersalpetersäuregehalt der dargestellten Salpetersäure,
3. Freiheit des Destillates von Schwefelsäure,

4. überaus ruhige Arbeitsweise, da die Reaktionsmasse in keiner Phase des Prozesses die geringste Tendenz zum Steigen zeigt,

5. die Möglichkeit, dieses Verfahren zur Darstellung hochgrädiger, chemisch reiner Säure aus mindergrädigen unreinen Salpetersäuren, wie solche beispielsweise bei den Luftstickstoffprozessen erhalten werden, zu benutzen,

6. die Möglichkeit, den angewendeten Überschuß von Schwefelsäure durch Neutralisation mit Ammoniak in marktgängiges Ammonsulfat zu verwandeln, ein Vorteil, der bei Ver-

arbeitung von Chilisalpeter nicht in gleichem Maße betreffend des Natriumsulfates zu erwarten ist.

15

#### PATENT-ANSPRUCH:

Verfahren zur Darstellung von Salpetersäure aus Nitrat und Schwefelsäure, dadurch gekennzeichnet, daß man Ammoniumnitrat mit einer solchen Menge Schwefelsäure, welche zur Bildung des sauren Ammonsulfates mindestens ausreichend ist, erhitzt.

20