



193030

MALA REPRODUCCION  
POR DEFECTO DEL ORIGINAL

193030

EB. -

M E M O R I A                      D E S C R I P T I V A

para una patente de Invención, por veinte años, por: " Procedi -  
miento para la obtención de disoluciones de sulfato de hidroxilamina " a favor de la razón social Inventas A. G. für Forschung und Patentverwertung; residente en Luzern - Suiza - Haldenstr.  
23. -

---

Es sabido que por adición de anhídrido sulfuroso en frío y subsiguiente caldeo se obtienen disoluciones de sulfato de hidroxilamina de disoluciones amoniacales de nitrito amónico. El hidroxilamina-disulfonato amónico originado aquí como producto  
5 intermedio, se hidroliza por breve ebullición de la disolución, dando sulfato de hidroxilamina. Las disoluciones así obtenidas de sulfato de hidroxilamina pueden emplearse inmediatamente para la oximación de cetonas y aldehidos. Ahora bien, se ha observado que se obtienen mejores rendimientos en sulfato de hidroxilamina,  
10 cuando disoluciones de nitrito amónico conteniendo carbonato o bicarbonato amónicos, se hacen reaccionar en frío con

1 93030

2. - ,



anhídrido sulfuroso o con gases que los contienen y la disolución originada de disulfonatos de hidroxilamina, se hidroliza por calefacción en sulfato de hidroxilamina con desprendimiento de anhídrido carbónico.

5            Como productos de partida pueden emplearse ventajosamente disoluciones de nitrito amónico conteniendo carbonato y bicarbonato amónicos, y las cuales se obtienen por la absorción de gases nitrosos en disoluciones concentradas de carbonato o bicarbonato amónicos o de sus mezclas. Para la obtención de sulfato de hidroxilamina, el contenido en carbonato o bicarbonato amónicos en la disolución de nitrito amónico se ajusta a una relación equivalente al nitrito. En esta disolución se introducen a 0° C o temperatura más baja gases conteniendo anhídrido sulfuroso o éste gas, hasta que la disolución tenga reacción debilmente ácida. Para evitar toda hidrólisis prematura, se requiere trabajar a temperaturas inferiores a 0° C. Después de terminada la introducción de anhídrido sulfuroso, que se realiza hasta un pH de 2-2,5, se origina el disulfonato. La inmediata hidrólisis de la disolución de disulfonato se realiza calentando durante media hora hasta próximamente el punto de ebullición.

10

15

20

La transformación de la disolución de nitrito amónico conteniendo carbonato y bicarbonato amónicos, se realiza con fuerte desarrollo de calor. La evacuación de este calor puede realizarse por ejemplo empleando salmueras frías o enfriando con amoníaco en evaporación.

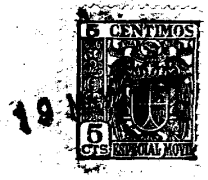
25

La preparación del sulfato de hidroxilamina permite realizarse fácilmente de modo continuo por este procedimiento. Para evacuar mejor el calor en la formación del disulfonato, es conveniente mantener lo más baja posible la concentración de los participantes en la reacción. Esta se realiza por ejem -

30

193030

3. -



5 plo, haciendo entrar en una gran cantidad de disolución enfria -  
da de disulfonato y mezclando íntimamente, la disolución de ni -  
trito amónico conteniendo carbonato y bicarbonato amónicos e in -  
troduciendo al mismo tiempo el anhídrido sulfuroso o el gas que  
10 los contenga para mantener la reacción débilmente ácida. De es -  
ta mezcla se lleva la disolución fría de disulfonato nuevamente  
originada a un recipiente calentador, en el que ésta se calien -  
ta durante breve tiempo a 95-100°, con lo que se produce la hi -  
drolisis en sulfato de hidroxilamina. El anhídrido carbónico  
15 desarrollado en las reacciones puede reabsorberse para su recu -  
peración.

El procedimiento anteriormente descrito produce un rendi -  
miento de unos 90 % referido a la cantidad empleada de nitrito  
amónico.

15 Ejemplos:

Ejemplo (1): En 750 volúmenes de una disolución que con -  
tiene 118,5 g/l de nitrito amónico, 29 g/l de nitrato amónico  
y 72,4 g/l de bicarbonato amónico, se hacen entrar 55,1 partes  
en peso de bicarbonato amónico disueltas en 350 volúmenes de  
20 agua. Agitando bien se introducen en la mezcla a - 3° C anhídri -  
do sulfuroso hasta un pH de 2 aproximadamente e hirviendo durante  
media hora se hidroliza la disolución obtenida de disulfonato.  
Resultan 1.130 volúmenes de disolución de sulfato de hidroxila -  
mina con un contenido de 90,5 g/l correspondiendo a un rendimien -  
to de 89,7 % del teórico, referido al nitrito amónico empleado.  
25

Ejemplo (2): En 1.025 volúmenes de una disolución de ni -  
trito amónico con un contenido de 131,5 g/l y que además contie -  
ne 32,3 g/l de nitrato amónico y 98,5 g/l de carbonato amónico  
disuelto, se introducen enfriando bien a 3° y agitando anhídri -

193030

4. -



do sulfuroso hasta reacción débilmente ácida e inmediatamente se hace hervir durante media hora toda la mezcla.

Después de enfriar se obtienen 1.044 volúmenes de una disolución de sulfato de hidroxilamina con 148 g/l, correspondien -  
5 do a un rendimiento de 89,5 %.

Ejemplo (3): En una circulación de líquido enfriada a -  
3° se hace circular por bombeo sobre una torre llena de anillos Rasching, una disolución de disulfonato obtenida de una disolu -  
ción de nitrito amónico conteniendo carbonato y bicarbonato amó -  
10 nicos, y también se introduce anhídrido sulfuroso. El líquido penetra por arriba en la torre y se extrae por el extremo infe -  
rior. Por detrás se hace llegar a la torre en circulación duran -  
te una hora 250 volúmenes de una disolución de nitrito amónico con un contenido de 118 g/l y 88,5 g/l de carbonato amónico. En  
15 la parte inferior de la torre se introduce un gas conteniendo 10 % de anhídrido sulfuroso en tal cantidad que se ajuste en la circulación de líquido un pH de próximamente 2-2,5. Los gases inertes del anhídrido sulfuroso escapan por la parte superior de la torre. De esta circulación líquida sale la disolución nue -  
20 vamente formada de disulfonato y a través de un serpentín calentador llega a una torre calentada por vapor y llena de anillos Rasching, de la cual salen por hora unos 250 volúmenes de diso -  
lución de sulfato de hidroxilamina con 135 g/l.

N O T A

25 La presente patente, consta de las siguientes reivindi -  
dicaciones:

1. - Procedimiento para la obtención de disoluciones de sulfato de hidroxilamina, caracterizado porque una disolución

193030

5. -



de nitrito amónico conteniendo carbonato o bicarbonato amónicos se somete a una reacción en frío con anhídrido sulfuroso o gases que lo contienen e inmediatamente a una hidrólisis por caldeo.

5 2. - Procedimiento según lo reivindicado en el punto 1, caracterizado porque las reacciones se verifican de modo continuo.

3. - Procedimiento según lo reivindicado en el punto 2, caracterizado porque las concentraciones de los reaccionantes se mantienen bajas en la primera transformación.

10 4. - Procedimiento para la obtención de disoluciones de sulfato de hidroxilamina. -

Según se describe y reivindica en esta memoria descriptiva.

15 La cual consta de cinco hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 18 de Mayo de 1950. -