

193292



OZ - 12

Eb. =

**MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL**

193292

MEMORIA DESCRIPTIVA

para una patente de Invención, por veinte años, por: " Procedi -
miento para la preparación de disoluciones acuosas de nitrito
amónico " a favor de la r.s. Inventa A. G., für Forschung und
Patentverwertung, residente en Luzern - Suiza - Haldenstr. 23.

Es sabido que en la reabsorción de los gases nitrosos no
absorbidos en agua, en disolución acuosa diluida de bicarbonato
amónico, se obtiene nitrato amónico junto con nitrito amónico.
Como de este modo se forma preponderantemente nitrato amónico,
5 este procedimiento no se presta para la preparación de nitrito
amónico. Según las experiencias hasta ahora tenidas sobre la
absorción de los gases nitrosos en disoluciones acuosas, la for -
mación del nitrito con buen rendimiento solo tiene lugar en di -
soluciones fuertemente alcalinas. Así en lejía de sosa cáusti -
ca diluida y en lechada de cal se forman unos 90 a 94 % de ni -
10 trito sódico o cálcico y 6 a 10 % del correspondiente nitrato.
En disoluciones neutras y débilmente alcalinas la formación del

193292

2. -



nitrito se reduce fuertemente, creciendo la cantidad del nitra -
to.

5 El nitrito amónico sirve en la industria principalmente
de producto de partida para la obtención de sulfato de hidroxí -
lamina por la síntesis Rasching. Hasta el presente se ha obte -
nido en la industria por medio del nitrito cálcico, haciendo
reaccionar éste en disolución con la cantidad equimolecular de
10 disolución de sulfato amónico. Pero la gran cantidad del sulfa -
to cálcico precipitado absorbía siempre una parte del nitrito
amónico formado de suerte que la transformación solo era apro -
ximadamente de 90 a 95 %. Las disoluciones así obtenidas de
nitrito amónico contenían todavía hasta 20 % de nitrato amóni -
co referido al nitrito sólido. Este modo de preparar el nitri -
to amónico resulta muy complicado a causa de la separación
15 del sulfato cálcico.

Ahora bien, se ha descubierto que se obtienen de modo
sencillo disoluciones acuosas de nitrito amónico cuando los
gases nitrosos en composición casi equimolecular de óxido y
de anhídrido de nitrógeno, se absorben en disoluciones concen -
20 tradas acuosas de bicarbonato o de carbonato amónicos o de
sus mezclas y se mantiene la concentración de las últimas. De
este modo pueden obtenerse disoluciones que, además de carbo -
nato o bicarbonato amónico, contengan unos 84 % de nitrito
amónico y 16 % de nitrato amónico. Concentrando por evapora -
25 ción estas disoluciones, por bajo de 30° C, pueden obtenerse
disoluciones concentradas de nitrito amónico exentas de carbo -
nato y bicarbonato.

Los gases nitrosos se obtienen preferentemente por com -
bustión de amoníaco gasiforme con aire sobre telas de platino -
30 rodio como catalizador. La composición de los gases nitrosos

193292



3. -

más favorable para formar el nitrito, se obtiene de la combustión de 11 volúmenes por 100 de amoníaco en mezcla por aire a las temperaturas usuales de unos 700° C.

5 Al emplear disolución de bicarbonato amónico para la absorción de los gases nitrosos, puede mantenerse constante la concentración de modo sencillo, efectuando la absorción con bicarbonato sólido, como cuerpo de fondo. Las neblinas que por lo demás se originan en la absorción en disolventes conteniendo amoníaco, son aquí, muy pequeños. Si se absorbe en solé disoluciones concentradas de bicarbonato amónico, entonces consumiéndose el bicarbonato y dissociándose el anhídrido carbónico, se reduce su concentración y resta una disolución diluída. En este caso disminuye la cantidad de nitrito amónico formado y aumenta rápidamente la cantidad de nitrato amónico. Para conseguir

10 permanentemente buenos rendimientos de nitrito, se debe reponer constantemente la cantidad de bicarbonato amónico en la disolución absorbente, agregando nuevo bicarbonato o carbonato amónico. Se logran rendimientos óptimos en nitrito amónico con disoluciones saturadas de bicarbonato amónico, siendo indiferente el que esta saturación se presente en agua pura o en la disolución de nitrito amónico. La saturación del agua con bicarbonato amónico es de 10 - 11 % en peso a 0° C; la saturación de la disolución de nitrito se presenta aquí con menor concentración.

15 En lugar del bicarbonato amónico, puede también utilizarse con igual resultado carbonato amónico o una mezcla de carbonato y bicarbonato amónico, la cual tiene la ventaja de que en la absorción se pierde menos anhídrido carbónico. Entonces la concentración de las disoluciones en la absorción debe ser

20 por lo menos la que corresponde a la disolución saturada de bi-

25

30

193292

4. -



5 carbonato con relación al contenido de anhídrido carbónico. Como mezcla conveniente de carbonato, y bicarbonato amónicos en la disolución de absorción, se utiliza una con 10 - 50 % de bicarbonato o 50 - 90 % de carbonato. Estas disoluciones poseen un pH de 8,3 - 8,9.

10 La absorción de los gases nitrosos en disoluciones concentradas de carbonato y bicarbonato amónicos permite realizarse sin dificultad, también de modo continuo, cuidando de que el nivel de anhídrido carbónico en el carbonato-bicarbonato amónicos de la disolución de absorción sea suficientemente grande. Según esto la disolución introducida para la absorción continua posee tal concentración en amoníaco y anhídrido carbónico, que por un lado el amoníaco es suficiente para neutralizar los gases nitrosos y para reemplazar el carbonato-bicarbonato amónicos contenido en la disolución absorbente y además tanto anhídrido carbónico que constantemente se reemplace el nivel del anhídrido carbónico en la misma disolución absorbente. Por consiguiente la disolución introducida para la absorción continua de los gases nitrosos, contiene siempre carbonato amónico con cierta cantidad de amoníaco libre. Normalmente las pérdidas de amoníaco en la absorción son pequeñas, mientras es algo mayor la pérdida de anhídrido carbónico. Las cantidades de amoníaco y anhídrido carbónico evacuadas en la absorción con los gases inertes de los gases nitrosos, pueden reabsorberse para su recuperación.

15

20

25

30 La temperatura en la absorción de los gases nitrosos en disolución de carbonato y bicarbonato amónicos, para lograr elevados rendimientos en nitrito y evitar pérdidas grandes de anhídrido carbónico y amoníaco, debe encontrarse alrededor del punto de congelación a unos 0° C o por bajo. A + 10° C apenas

193292

5. -



se presentan pérdidas en nitrito amónico, pero a $+ 20^{\circ} \text{C}$ ya son considerables.

Los rendimientos en nitrito amónico que pueden lograrse por absorción de los gases nitrosos en disoluciones concentradas de carbonato y bicarbonato amónicos, llegan a unos 76 % del teórico, referido al amoníaco empleado para la combustión.

Las disoluciones de nitrito amónico conteniendo carbonato y bicarbonato amónicos pueden utilizarse sin dificultad para la producción de sulfato de hidroxilamina.

Ejemplos:

Ejemplo 1/ - 72 volúmenes de gas amoníaco se quemaron en el espacio de 4 horas con 585 volúmenes de aire sobre tela metálica de rodio y platino y a unos 700°C y los gases nitrosos se introducen mediante una boquilla en un depósito de agitador que está cargado con una mezcla de 250 partes en peso de bicarbonato amónico y 750 volúmenes de agua. Agitando bien y enfriando se mantiene la mezcla a 0°C . Después de terminada la absorción, resultan 1.000 volúmenes de disolución de nitrito amónico, que contienen 136 g/l de nitrito amónico, 33 g/l de nitrato amónico y 42 g/l de bicarbonato amónico. El rendimiento en nitrito amoníaco es de 75,9 % del teórico, referido al amoníaco empleado y quemado.

Ejemplo 2/ - Se absorben los gases nitrosos obtenidos según el ejemplo 1 a 0°C y agitando bien en el espacio 4 horas en 800 volúmenes de una disolución que contiene 7 partes en peso de bicarbonato amónico y 76,7 partes en peso de carbonato amónico. Al mismo tiempo se hace llegar en este tiempo y uniformemente 500 volúmenes de una disolución que contiene 10,4 partes

193292



6. -

en peso de bicarbonato amónico y 113,4 partes en peso de carbonato amónico. Después de la absorción se obtiene una disolución de nitrito amónico conteniendo carbonato y bicarbonato amónicos, con 100 g/l, correspondiendo a un rendimiento de 74,7 %.

5 Ejemplo 3/ - En el espacio de 4 horas se absorben los gases nitrosos preparados según el ejemplo 1, a 0° C y agitando bien, en un depósito de agitador con rebosamiento al llegar a los 750 volúmenes, y lleno de 750 volúmenes de una disolución de 130 g/l de nitrito amónico, 32 g/l de nitrato amónico, 6,4
10 g/l de bicarbonato amónico y 70 g/l de carbonato amónico. Al mismo tiempo se hacen llegar uniformemente a esta disolución 1.000 volúmenes de una disolución con 179 g/l de carbonato amónico y 5,5 g/l de amoníaco. Del depósito de agitador salen por
15 hora 250 volúmenes de una disolución que contiene 131 g/l de nitrito amónico, 32 g/l de nitrato amónico, 33,6 g/l de bicarbonato amónico y 56,5 g/l de carbonato amónico. La cantidad obtenida de nitrito amónico corresponde a un rendimiento de 75,8 %.

N O T A

20 La presente patente de Invención, consta de las siguientes reivindicaciones:

1. - Procedimiento para la preparación de disoluciones acuosas de nitrito amónico, caracterizado porque se absorben en disoluciones concentradas acuosas de bicarbonato o de carbonato amónicos o de sus mezclas, gases nitrosos en composición
25 casi equimolecular de óxido de nitrógeno y de anhídrido nitro -

193292



7. -

so, y se mantienen las concentraciones de las disoluciones.

2. - Procedimiento según lo reivindicado en el punto 1, caracterizado porque la absorción se realiza de modo continuo.

5 3. - Procedimiento según lo reivindicado en los puntos 1 y 2, caracterizado porque las disoluciones saturadas de bicarbonato o carbonato amónicos o sus mezclas en agua o en la disolución de nitrito amónico, se utilizan como disolución para la absorción.

10 4. - Procedimiento según lo reivindicado en los puntos 1 á 3, caracterizado porque se trabaja, a temperaturas próximas al punto de congelación de la disolución absorbente.

5. - Procedimiento para la preparación de disoluciones acuosas de nitrito amónico -

15 Según se describe y reivindica en esta memoria descriptiva.

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

Madrid, a 3 de Junio de 1950. -