

203938

203938



MEMORIA DESCRIPTIVA
para solicitar
P A T E N T E D E I N V E N C I O N
e n
E S P A Ñ A
por VEINTE años

a nombre de DEUTSCHE GOLD-UND SILBER-SCHEIDEANSTALT
VORMALS ROESSLER, entidad alemana, establecida en Weiss-
frauenstrasse 9, Frankfurt/Main, Alemania, por:

" UN PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION
DE ACIDO PRUSICO ".-

En la reacción de álcalis, especialmente
del carbonato sódico, con carbono y nitrógeno, por el lla-
mado proceso de Bucher, se ha renunciado hasta ahora, a
elaborar los productos de síntesis obtenidos, (que además
de cianuro sódico contienen además carbonato alcalino so-
brante, así como más o menos carbón y el catalizador)

5

203938



catalizador) para transformarlos en ácido prúsico inmediatamente dentro del mismo procedimiento. Por el contrario, ha venido uno limitándose a extraer los productos de la síntesis con amoniaco volátil, y a obtener un cianuro lo más puro posible, después de evaporar el agente extractor. Esta forma de trabajo no es solamente incómoda y hasta un cierto grado antieconómica, debido al gasto necesario de amoniaco y también a los procesos de evaporación relativamente lentos y molestos, sino que además no ofrece condiciones previas favorables para la obtención de ácido prúsico partiendo del cianuro puro así fabricado.

Se ha intentado ya también incluir la obtención directa del ácido prúsico en el proceso de Bucher, disgregando continuamente los productos de la síntesis de la cianuración. Se ha comprobado en este caso, sin embargo, que el rendimiento de ácido prúsico oscila fuertemente según la composición de los productos de la síntesis, y que con un máximo de un 75% quedaba muy por detrás de lo esperado.

El presente procedimiento para la obtención de ácido prúsico partiendo de los productos de la síntesis del proceso de Bucher, mediante el cual este procedimiento se desarrolla como proceso cerrado para la obtención directa de ácido prúsico partiendo de carbonato alcalino, carbón y nitrógeno, se basa en el conocimiento, de que, evidentemente, ciertos componentes del producto de la síntesis al disgregarse, provocan una descomposición del ácido prúsico. De acuerdo con el procedimiento del presente invento, los



203938

5 productos de la síntesis resultantes de la fase de la cianuración, que junto a cianuro sódico y carbonato de sosa contienen además en forma finamente distribuida generalmente cantidades diversas de carbón sobrante y del hierro empleado como catalizador, se someten a temperatura ambiente, preferentemente en forma continua, a una lixiviación con agua, separándose el cianuro formado y la sosa, del producto de la síntesis. La extracción se realiza convenientemente de tal forma, que se produzca una solución saturada de cianuro. La concentración de cianuro es en este caso de por lo menos un 20%. De acuerdo con el invento, se mezclan entonces estas lejías de extracción con dióxido de carbono en presencia de vapor de agua, con lo cual el cianuro sódico se transforma en ácido prúsico y sosa, sin que pueda producirse una disgregación cigna de mención del ácido prúsico liberado bajo la actuación perjudicial de los componentes del producto de la síntesis. Por el procedimiento de acuerdo con el invento, se obtienen rendimientos de ácido prúsico de por lo menos un 95%. El carbonato alcalino absorbido por la solución de la extracción durante la extracción del producto de la síntesis, junto con el carbonato formado durante la desintegración del cianuro alcalino, se emplean nuevamente de acuerdo con el invento para la cianuración, de forma que todo el carbonato alcalino resultante puede ser conducido en un ciclo cerrado.

En una forma de realización preferente del invento, se efectúa la composición de las lejías de extracción a temperaturas de 150 a 300° C., mediante pulverización



203888

con dióxido de carbono. Para ello se sirve uno por ejemplo, de una tobera, mediante la cual se distribuye la solución de cianuro en gotitas de líquido de tamaño regulable, valiéndose del dióxido de carbono a una sobrepresión de por ejemplo 0,25 a 0,5 atm. Esta tobera puede estar montada en la parte superior de una torre disgregadora, que se mantiene a una temperatura de 200° C. Al inyectarse la solución de cianuro por la tobera, lo cual puede regularse cuantitativamente por dispositivos en sí ya conocidos, tales como por ejemplo, una aguja ajustable en el centro del taladro de la tobera, el vapor de agua, que se produce inmediatamente, junto con el ácido carbónico que sirve para la pulverización, liberan el ácido prúsico en forma gaseosa. El carbonato alcalino puro, que se produce simultáneamente, se precipita como polvo fino, seco, y puede ser recogido en el fondo de la torre de disgregación. Desde aquí puede ser conducido de nuevo a la cianuración, junto con el carbonato desprendido del producto de la síntesis durante la extracción. En lugar de la tobera pueden emplearse también para la pulverización de la solución de extracción otros dispositivos apropiados tales como por ejemplo, pulverizadores centrífugos. Es también posible, e incluso puede ser conveniente, disponer en la zona del chorro de pulverización, un rodillo o cualquier otro plano móvil, mantenido a la temperatura del espacio de desintegración, sobre el cual incida la mayoría de las gotitas formadas por la pulverización, de forma que los productos sólidos precipiten sobre él. Estos pueden ser retirados continuamente de los

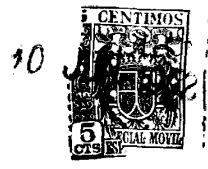


203938

planos de choque, respectivamente del rodillo, mediante rascadores y otros medios auxiliares apropiados análogos.

5 Dentro del marco del presente invento es también posible comprimir la solución de extracción antes de la descomposición con dióxido carbónico, o evaporarla en el vacío hasta sequedad. Para esta forma de trabajo han demostrado ser muy apropiadas las soluciones, que junto al cianuro contengan todavía algo de álcali libre. La evaporación debe efectuarse con una aportación de calor lo más
10 baja posible, de forma que la temperatura de la solución no debe subir considerablemente por encima de 50°. El residuo de la evaporación, después de evaporación a sequedad, puede ser disgregado con ayuda de dióxido de carbono y vapor de agua, mientras que la sosa resultante puede reintegrarse
15 igualmente a la cianuración y obtenerse el ácido prúsico libre.

Los gases que escapan de la descomposición consisten en una mezcla de vapor de agua, ácido prúsico y dióxido de carbono. Esta mezcla se somete primeramente a
20 un enfriamiento, con lo cual se condensa vapor de agua. Del gas restante, que ya únicamente contiene dióxido de carbono y ácido prúsico, se extrae este último mediante lavado en rorma en sí ya conocida, por ejemplo en una torre de absorción alimentada con agua fría, mientras que el bióxido
25 de carbono sobrante se recoge y se vuelve a introducir en el ciclo para seguir disgregando nuevas cantidades del producto de extracción. Se ha comprobado, que para aproximadamente 1 l. de solución acuosa con un contenido de cianuro



203933

sódico de 20% se precisan unos 2 m³ de dióxido de carbono.

5 En el procedimiento de acuerdo con el inven-
to presente, se pueden hacer volver a la cianuración los
residuos de la extracción con agua, que, junto a los restos
de carbono alcalino, contienen además carbón sobrante y el
catalizador, después de un secado simple. De esta manera
es posible, de acuerdo con el invento, desarrollar todo el
proceso de la cianuración, de la extracción y de la descom-
10 posición, cuantitativamente como un ciclo completamente ce-
rrado, en el cual esencialmente tan solo se consumo carbón
y nitrógeno para la obtención de ácido prúsico puro en
forma gaseosa con alto rendimiento. El procedimiento del
invento posibilita, por lo tanto, una producción de ácido
prúsico completamente continua en proceso cíclico, siendo
15 el rendimiento de ácido prúsico prácticamente independiente
de la composición cuantitativa y cualitativa de los produc-
tos de la síntesis resultantes en la cianuración. Esta úl-
tima puede efectuarse de modo discrecional, en forma conti-
nua, tanto en hornos de cuba, como en hornos giratorios.

20 Para mejor comprensión del invento y aunque
la parte siguiente no está contenida en el documento de
prioridad damos a continuación la descripción a modo de
ejemplo de un dispositivo, en el cual puede ponerse en prác-
tica el procedimiento para la descomposición de cianuros
nebulizados, así como dos ejemplos detallados.

25 La instalación de acuerdo con el esquema
adjunto consiste en el depósito 1 para la solución de cianuro,
que ha de ser descompuesta, y que es conducida a la



203938

tobera pulverizadora 2. El disgregador mismo está designado con 4, y puede tener por ejemplo la forma de una torre de chapa de hierro. La tobera 2 está rodeada de una cubierta 3, en la cual, y para evitar incrustaciones en la abertura de la tobera, se puede insuflar bióxido de carbono conducido en ciclo. El disgregador 4 está encerrado dentro de una cubierta protectora 8, en la cual se aloja el dispositivo calefactor, por ejemplo, mecheros de gas, en el caso de que el disgregador sea calentado desde fuera. Mientras que la sosa sólida se deposita en forma de polvo fino, blanco, sobre el fondo del disgregador 4; donde se saca por medio de un tornillo sin fin transportador, sale el ácido prúsico con el ácido carbónico sobrante y vapor de agua a través del serpentín 5, abandonando así el disgregador. Con ello se condensa el agua disolviendo una parte considerable del ácido prúsico, mientras que la cantidad restante es extraída por lavado en el absorbedor 6 mediante rociado con agua. El ácido prúsico acuoso así obtenido se retira a través de 7 de la columna absorbidora 6. El bióxido de carbono escapa por 9 de la parte superior de la columna, y es conducido nuevamente en ciclo a la tobera.

En lugar de la tobera sencilla prevista en el esquema, puede emplearse también una tobera espiral, o bien una con inserción espiral, que confiera al líquido a disgregar a su salida de la tobera, un movimiento giratorio. Si fuera preciso, puede prescindirse también de insuflar bióxido de carbono en la tobera, efectuándose la pulverización de la solución bajo su propia presión hidrostática.



203938

Finalmente, puede substituirse también la tobera por un disco giratorio montado en la parte superior del disgregador 4, cuyo eje de rotación se dispone convenientemente en el eje longitudinal del depósito del disgregador. También puede preverse para la pulverización de la solución un dispositivo a la manera de la rueda hidráulica de Segner. En una instalación como lo que acabamos de describir, se puede trabajar ahora de acuerdo con los ejemplos siguientes:

E J E M P L O 1.-

Una solución acuosa de cianuro con un contenido de por lo menos 200 g. de NaCN/litro, se nebuliza en una tobera con ácido carbónico comprimido (aproximadamente $\frac{1}{2}$ atm. de sobrepresión). Para cada litro de solución cianúrica se precisan alrededor de 1.5 m³ de gas de ácido carbónico. Además se encuentran en movimiento cíclico dentro de la instalación otros 2,5 m³ de ácido carbónico, que riegan la tobera por la parte exterior, evitando con ello incrustaciones. La temperatura del disgregador es de 250 - 300° C. El calentamiento se efectúa desde fuera por caldeo por gas. En el fondo del disgregador se acumula la sosa producida, en forma de polvo seco, de un blanco limpio, y con un contenido máximo de cianuro de 0,1 a 0,2%. Esta sosa puede sacarse del fondo del disgregador mediante un tornillo sin fin. Los gases de ácido prúsico producidos, se hacen pasar, junto con el bióxido de carbono en exceso y vapor de agua, a través de un refrigerador, en el cual se condensa el



203938

5 agua, desprendiendo una parte considerable del ácido prúsi-
co en forma gaseosa. El resto del ácido prúsi-
co, que sigue
conteniendo dióxido de carbono, se conduce en contracorrien-
te a través de un absorbedor rociado con agua, en donde se
extraen los últimos vestigios de ácido prúsi-
co mediante la-
vado. Los gases de ácido carbónico que escapan del absor-
bedor, son conducidos de nuevo al disgregador en forma cídi-
ca. El ácido prúsi-
co acuoso sale por la base del absorbe-
dor.

E J E M P L O 2.

15 Una solución acuosa de cianuro con un conte-
nido de por lo menos 200 g. de BaCN /litro, se pulveriza en
un dispositivo nebulizador. La temperatura del disgregador
es de alrededor de $250 - 300^\circ \text{C.}$, y se mantiene en el inte-
rior de la torre por caldeo interior mediante llama de gas.
Los mecheros se encuentran dispuestos de tal modo, que las
llamas arden en el disgregador aproximadamente en dirección
20 tangencial. Los gases de combustión inciden de esta forma
sobre el centro de la niebla, que entra por la parte supe-
rior. Como gases de caldeo se emplean los gases de escape
obtenidos en la síntesis del cianuro, que contienen aproxi-
madamente un 30% de CO y un 70% de N_2 . Este gas se quema
25 con la cantidad de aire precisa en teoría. El dióxido de
carbono producido con ello, sirve para la disgregación de
la solución nebulizada de cianuro. El nitrógeno existente
no perjudica en forma alguna a la disgregación. La sosa re-



1952

203938

5
10
15
sultante se deposita sobre el fondo del disgregador en forma de polvo seco, blanco puro, y es sacada de allí continuamente mediante un tornillo sin fin. La sosa arrastrada por la corriente del gas, se separa cuantitativamente en un ciclón conectado a continuación. La obtención del ácido prúsico se realiza tal como se ha descrito en el ejemplo 1. Los gases que escapan del absorbedor contienen mucho nitrógeno junto a poco ácido carbónico. Una vez eliminado el ácido carbónico, puede conducirse nuevamente el nitrógeno a la síntesis del cianuro.

15
La presente solicitud, que corresponde a la presentada en Alemania con fecha 23 de Junio de 1.951, bajo el número D. 9633, IVb/12k, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto-Ley sobre Propiedad Industrial.

- N O T A -

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de la presente solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

1.- Un procedimiento para la obtención con-



203938

tinua de ácido prúsico, partiendo de productos sólidos de
síntesis que contienen cianuro alcalino, carbonato alcalino
carbón y hierro finamente distribuido, caracterizado por
extraerse los productos de la síntesis con agua, y por tra-
5 tarse la solución de extracción obtenida, una vez evapora-
da si fuera preciso, a una temperatura elevada, mediante
una pulverización de la solución concentrada con CO_2 , con
lo cual se libera el ácido prúsico, empleándose la sosa re-
sultante para su renovada elaboración en productos de sín-
10 tesis de la cianuración.

2º.- Un procedimiento de acuerdo con la
reivindicación 1ª, caracterizado por la pulverizarse la so-
lución de extracción a una temperatura de 150 a 300° C.,
preferentemente alrededor de los 200° C., bajo presión de
15 ácido carbónico, en dispositivos apropiados, tal como por
ejemplo, mediante una tobera.

3º.- Un procedimiento de acuerdo con las
reivindicaciones 1ª y 2ª, caracterizado por que de la mez-
cla de dióxido de carbono, ácido prúsico y vapor de agua,
20 producida en la disgregación, se obtiene, una vez eliminado
el vapor de agua mediante condensación, el ácido prúsico,
empleando para ello los métodos en sí conocidos, por ejem-
plo en una torre de absorción rociada con agua fría.

4º.- Un procedimiento de acuerdo con las
25 reivindicaciones 1ª a la 3ª, caracterizado porque el dióxi-
do de carbono purificado de vapor de agua y de ácido prúsi-
co, es empleado nuevamente para la disgregación de los p
productos de la síntesis.



203938

5 5^a.- Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1^a a la 4^a, caracterizado porque los residuos de la extracción secados, son conducidos nuevamente en ciclo a la cianuración, elaborándose renovadamente en productos de síntesis.

6^a.- Un procedimiento para la obtención de ácido prúsico.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y para los fines que se han especificado.

10 La presente Memoria consta de doce hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

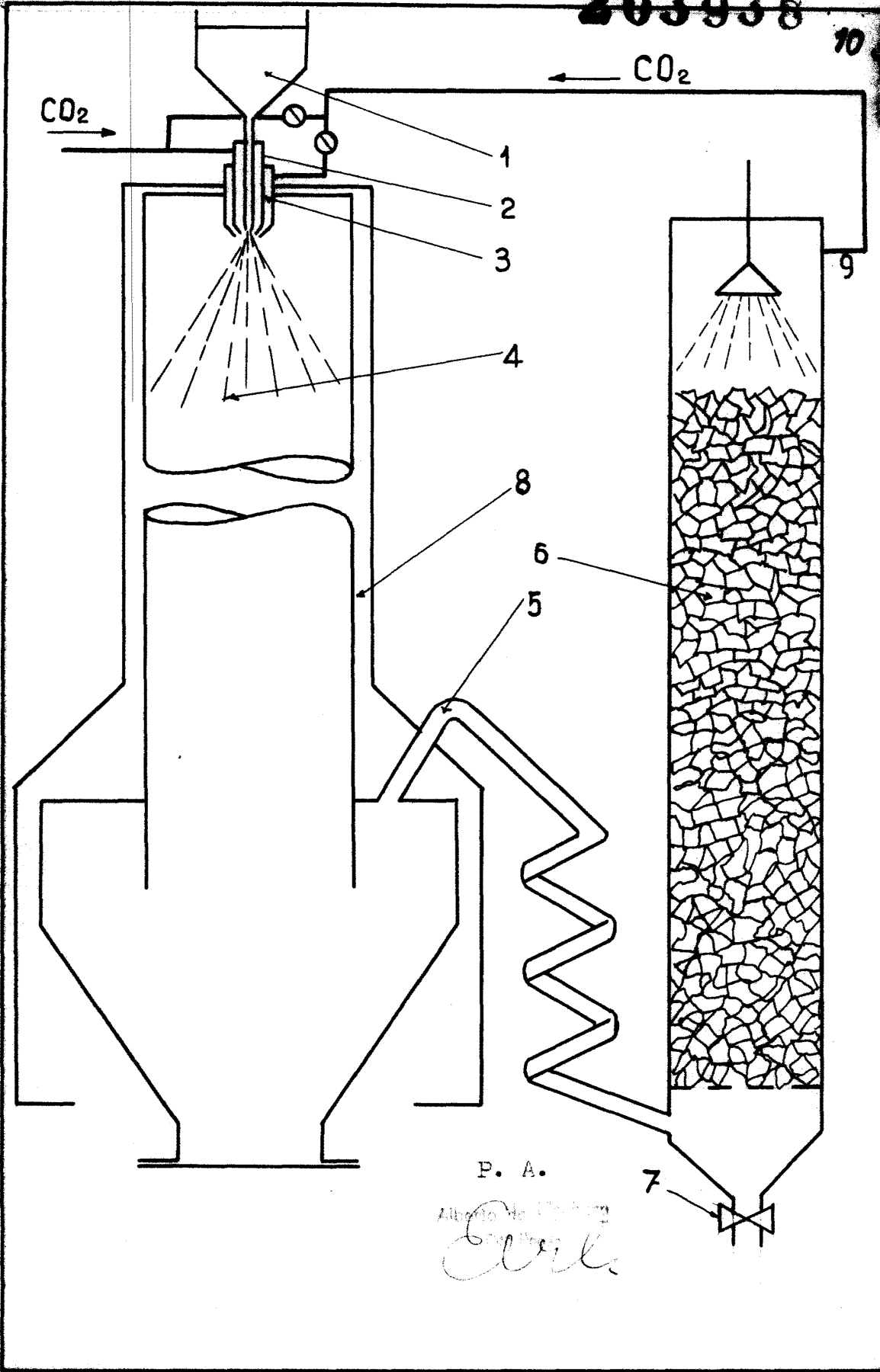
Madrid, 10 JUN. 1952

P. A.

Eric

203938

10



P. A.

Alberto de ...
Alberto de ...