

253.611



253611

P A T E N T E - D E I N V E N C I O N

a favor de:

FARBWERKE HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT, vormalis Meister Lucius  
& Brüning, de nacionalidad alemana, residente en Frankfurt (M)  
- Hoechst (República Federal Alemana), por:  
"PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE TIOSULFATO AMONICO".

- - - - -

Memoria descriptiva

Se conocen distintos procedimientos para la obtención  
de tiosulfato amónico, como por ejemplo un procedimiento según  
el cual se deja evaporar sobre ácido sulfúrico una solución  
acuosa de polisulfuro de amonio saturada de  $SO_2$ . Se conoce  
5 otro modo de obtención, según el cual se transforma con carbo  
nato amónico una solución de sulfuro de calcio y de tiosulfato  
de calcio y se prepara de manera bastante complicada la solu  
ción de reacción obtenida. Desde el punto de vista de la econo  
mía, estos procedimientos conocidos tienen inconvenientes y son  
10 además poco satisfactorios desde el punto de vista técnico.

- 2 -  
253611



15 El modo de obtención, que también se conoce, que utiliza la doble transformación de tiosulfato sódico con sales de amonio conduce a la obtención de productos que sólo con dificultad o de manera incompleta pueden ser liberados de impurezas constituidas por sales extrañas.

20 Se propone ahora según la invención - en la obtención de tiosulfato amónico por tratamiento de soluciones o suspensiones que contienen sulfito amónico con azufre elemental, que eventualmente puede estar presente en pequeño exceso, referido a la cantidad teóricamente necesaria, a temperaturas de unos 80° y más y por separación y eliminación de tiosulfato amónico de la solución, una vez concluida la reacción - proceder manteniendo durante el entero proceso de fabricación una concentración de amoníaco libre, separando de la solución sólo en parte el tiosulfato amónico y volviendo a conducir al proceso la lejía madre, que contiene tiosulfato amónico, que queda después de separar el tiosulfato amónico que se ha precipitado. El tiosulfato amónico - convenientemente previa filtración - es separado por enfriamiento y/o eventualmente por precipitación, por ejemplo mediante elevación de la concentración de amoníaco, y eliminado de la solución de manera en sí conocida. Para ello, se procede por ejemplo calentando la mezcla de reacción con un 60% del volumen de sulfito amónico y un contenido de azufre del 110% aproximadamente de la cantidad teóricamente necesaria, removiendo a unos 80° y velando por que la mezcla de reacción contenga siempre amoníaco libre durante la transformación, bastando ya, en general, cantidades pequeñas. Esto impide por completo la descomposición de soluciones de tiosulfato amónico acuosas que, como es sabido, empezaya a unos 50°; el contenido de amoníaco no combinado es suficiente cuando la mezcla de reacción re

25

30

35

40

253611



vela una reacción claramente alcalina al ácido rosólico.

45 Para acortar la duración de la reacción puede ventajosamente elevarse la temperatura de la mezcla de reacción hasta la conclusión de la transformación, por ejemplo en el transcurso de algunas horas, hasta unos 110° - 130°, trabajando bajo presión a las temperaturas elevadas comprendidas entre el intervalo citado. Durante la reacción, el sulfi  
50 to amónico absorbe completamente el azufre. La transformación ha concluído cuando en la mezcla de reacción no puede ya demostrarse la presencia de sulfito.

55 En lugar de la mezcla de reacción mencionada en principio, con un 60% en volumen de sulfito amónico, puede también emplearse lejía madre que contenga tiosulfato amónico, en cuyo caso se prevé convenientemente inferior la cantidad de sulfito amónico empleada.

60 Una vez concluída la reacción, se separa eventualmente la solución de reacción del azufre en exceso y se hace precipitar la parte preponderante del tiosulfato amónico contenido en la solución mediante simple enfriamiento, siempre  
65 que en la solución de reacción haya existido una elevada concentración de tiosulfato amónico y/o de amoníaco. De otro modo, para la obtención de tiosulfato amónico sólido, se concentra convenientemente la solución y/o se precipita de un modo adecuado. Esto último se verifica de la manera más sencilla introduciendo con moderado enfriamiento amoníaco gaseoso  
70 hasta que la cantidad del tiosulfato amónico que así se separa no aumenta ya esencialmente a una determinada temperatura. Para ello, no es de modo alguno necesario alimentar el amoníaco hasta la saturación a presión normal o incluso hasta sobrepresiones, ya que para el procedimiento no es decisiva la

253611



75 obtención de lejías madre libres de tiosulfato amónico. Como el tiosulfato amónico contenido en las lejías madre no se encuentra expuesto a ninguna influencia de descomposición cuando es conducido en circuito por el procedimiento propuesto, se alcanza en general, por el contrario, el óptimo técnico-económico cuando se hace pasar en circuito por el proceso le  
75 jía madre con un contenido de tiosulfato amónico del 30% en volumen aproximadamente.

80 Cuando la solución de reacción tiene un pequeño contenido de tiosulfato amónico y/o de amoníaco, es conveniente concentrar dentro de límites más o menos amplios, convenientemente a presión reducida, manteniendo siempre amoniacal la solución durante su concentración mediante la adición de pequeñas cantidades de amoníaco acuoso concentrado, para evitar una des-  
85 composición del tiosulfato amónico. También se puede concentrar de la misma manera la lejía madre que queda y obtener en ambos casos el tiosulfato amónico bien por cristalización espontánea o por precipitación, mediante la alimentación de más amoníaco.

90 Previa separación, de manera en sí conocida, del producto de cristalización puede volverse a conducir al proceso, en forma de solución inicial que contiene sulfito amónico, la lejía madre que queda, sin que tenga influencia alguna su contenido de tiosulfato amónico, previa adición de ácido sulfuroso, gases residuales que contienen  $SO_2$  o bisulfito amónico,  
95 co, y eventualmente de ulteriores cantidades de amoníaco o de sulfito amónico.

100 El rendimiento de tiosulfato amónico obtenido en la aplicación del procedimiento descrito anteriormente, es, referido al sulfito amónico y respectivamente al amoníaco y al ácido sulfuroso empleados, casi cuantitativo.

253611



El tiosulfato amónico obtenido de la manera descrita tiene la forma de laminillas blancas y brillantes, muy fáciles de filtrar. La sal seca tiene un elevado grado de pureza, no contiene agua de cristalización y es resistente al aire.

105 Dicha sal es particularmente adecuada para la obtención de otros tiosulfatos por doble transformación con sales metálicas o por la acción de hidratos metálicos u otras bases.

110 El excelente poder disolvente que el tiosulfato amónico acuoso tiene para los halogenuros de plata hace que el mismo sea particularmente adecuado para el fijado de capas fotogrficas. Se trata aquí especialmente de los papeles fotogrficos en colores en los cuales el tiosulfato amónico es empleado ventajosamente por su rápido efecto fijador, su posibilidad de empleo en bajas concentraciones y su facilidad de lavado.

115 Esta solicitud que corresponde a la presentada en Alemania el 25 de Febrero de 1.950, bajo el número E 735 IV b/12 i, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial y del artículo 4º del Convenio de la Unión. Igualmente esta Patente de Invención se acoge a los beneficios del Convenio para la rehabilitación de derechos de Propiedad Industrial entre España y la República Federal de Alemania, de acuerdo con la parte I del mismo, artículos 1º y 2º (Boletín Oficial del Estado 26 de Junio de 1959).

120 R E I V I N D I C A C I O N E S  
=====

125 1). Procedimiento para la obtención de tiosulfato amónico por tratamiento con azufre elemental de soluciones o suspensiones que contienen sulfito amónico, a temperaturas de unos 80º y más, precipitación y separación de tiosulfato amónico de la solución una vez concluida la reacción, caracterizado por el hecho de que durante el entero proceso de fabricación semantie

130

253611



ne una concentración de amoníaco libre, de que se precipita sólo en parte en la solución el tiosulfato amónico y de que, previa separación del tiosulfato amónico que se ha precipitado, se devuelve al proceso la lejía madre que aun queda y que contiene tiosulfato amónico.

135

2). Procedimiento según la reivindicación 1), caracterizado por el hecho de que la temperatura de reacción inicial, de aproximadamente 80º y más, es elevada al avanzar la reacción hasta la conclusión de ésta, por ejemplo hasta unos 110º - 130º.

140

3). Procedimiento según las reivindicaciones 1) y 2), caracterizado por el hecho de que antes o después de la separación por cristalización y respectivamente separación de una parte del tiosulfato amónico que se ha formado, se concentra dentro de límites más o menos amplios la solución de reacción, convenientemente a presión reducida, manteniendo constantemente amoniacal la solución, durante la concentración, mediante adición de pequeñas cantidades de amoníaco acuoso concentrado.

145

4). PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE TIOSULFATO AMONICO.

Esta Memoria consta de seis hojas foliadas y mecanografiadas por un solo lado de sus caras.

150

Madrid, 20 de Noviembre de 1959

*Baum*