



1964

299965

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

por "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE OXIDO ROJO DE MERCURIO", a favor de la firma estadounidense WOOD RIDGE CHEMICAL CORPORATION, residente en Wood-Ridge, New Jersey, U.S.A.

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a la producción de óxido rojo de mercurio a partir de nitrato mercúrico e hidróxido sódico.

5. Mas particularmente, la presente invención proporciona un procedimiento para la producción de óxido rojo de mercurio que comprende simultáneamente adicionar nitrato mercúrico e hidróxido sódico al agua con agitación a una temperatura por encima de aproximadamente 80°C, mientras se mantiene la alcalinidad de la mezcla reaccional desde aproximadamente 0,1 a aproximadamente 0,6 N;
- 10.



299965

y recuperando el óxido rojo de mercurio precipitado de la mezcla reaccional mediante separación de su líquido.

5. En una ulterior realización preferida de la invención se proporciona un procedimiento para la producción de óxido rojo de mercurio que comprende adicionar simultáneamente soluciones acuosas de nitrato de mercurio e hidróxido sódico a una mezcla acuosa agitada de cloruro sódico en proporciones para formar una solución que tiene una alcalinidad comprendida entre aproximadamente 10. 0,1 y aproximadamente 0,6 N a una temperatura superior a unos 80°C., mientras se mantiene la alcalinidad de la mezcla reaccional en la misma normalidad; y recuperando el óxido rojo de mercurio precipitado de la mezcla reaccional por separado de su líquido.

15. De acuerdo con la presente invención, el óxido rojo de mercurio puede producirse a partir de nitrato mercuríco e hidróxido sódico en una fase. Asimismo, el tamaño de partícula y densidad del producto puede controlarse fácilmente.
- 20.

25. En general, el procedimiento de esta invención incluye la adición simultánea de nitrato de mercurio y de hidróxido sódico a agua con agitación a una temperatura elevada, mientras se mantiene la mezcla reaccional a una alcalinidad controlada.

Un objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento de una sola fase para la producción de óxido rojo de mercurio a partir de nitrato mercuríco



299935

e hidróxido sódico.

Otro objeto de esta invención es proporcionar un procedimiento para la producción de óxido rojo de mercurio, en el que el tamaño de partícula y densidad del producto puede controlarse fácilmente.

Estos y otros objetos de la presente invención aparecerán en la descripción que sigue.

En general, los objetos de la presente invención pueden realizarse mediante adicionar simultáneamente nitrato mercúrico e hidróxido sódico al agua con agitación a una temperatura elevada, mientras se mantiene la mezcla reaccional en una alcalinidad controlada.

Más específicamente, el óxido mercúrico e hidróxido sódico antes citados son adicionados simultáneamente en forma de sus soluciones acuosas mientras se mantiene la alcalinidad de la mezcla reaccional resultante desde aproximadamente 0,1 a aproximadamente 0,6 N.

En una realización preferida de la presente invención, se adicionan simultáneamente soluciones acuosas de óxido mercúrico e hidróxido sódico a cloruro sódico acuoso.

Es sorprendente e inesperado que el procedimiento de la presente invención pueda producir óxido rojo de mercurio, ya que es bien conocido en el arte que el nitrato mercúrico e hidróxido sódico reaccionan para formar óxido amarillo de mercurio. El mecanismo por

299965



5. el que el nuevo procedimiento de la presente invención produce óxido rojo de mercurio no es comprendido completamente. Se ha hallado que la presencia de cantidades substanciales de cloruro sódico y/o el mantenimiento de las cantidades de los ingredientes y las condiciones del procedimiento dentro de límites críticos influencia en la reacción para producir óxido rojo de mercurio, en lugar de óxido amarillo de mercurio.

10. En la realización preferida de la presente invención la mezcla acuosa de cloruro sódico puede ser una solución o alternativamente puede ser una lechada conteniendo solamente una cantidad mínima de agua. La elevada temperatura a la que el procedimiento de la presente invención es llevado a cabo, es superior de aproximadamente 15. 90°C, preferentemente en el orden de aproximadamente 80°C a aproximadamente 125°C, con resultados óptimos obtenibles en el orden de aproximadamente 100°C a aproximadamente 110°C.

20. Las proporciones de nitrato mercuríco e hidróxido sódico, y la velocidad de adición de estos ingredientes debe ser controlada dentro de límites cerrados para mantener la alcalinidad de la mezcla reaccional a una normalidad (N) entre aproximadamente 0,1 y aproximadamente 25. 0,6 N, y de preferencia entre aproximadamente 0,2 y aproximadamente 0,5 N. Se ha encontrado que a lo menos 24 partes en peso de hidróxido sódico son requeridas para 100 partes en peso de nitrato mercuríco para mantener la

299965



- solución en una alcalinidad entre estos límites, y para proporcionar una conversión completa. El uso de menos de esta cantidad eleva la acidez de la mezcla reaccional a una normalidad substancialmente inferior a 0,1 N en base, resultando una conversión incompleta y contaminación del producto con compuestos conteniendo cloro. Se prefiere utilizar una cantidad de hidróxido sódico en exceso de 24 partes en peso por 100 partes de nitrato mercuríco para la rápida conversión y rendimientos máximos. No obstante, grandes excesos de hidróxido sódico, por ejemplo, superiores a aproximadamente 60 partes en peso de hidróxido sódico por 100 partes en peso de nitrato mercuríco, no deben ser utilizados, ya que la mezcla reaccional sería demasiada alcalina, por ejemplo superior a 0,6 N, formando el óxido amarillo de mercurio en lugar del óxido rojo de mercurio deseado.
- 5.
 - 10.
 - 15.

- La velocidad de adición simultánea de las soluciones de hidróxido sódico y nitrato de mercurio debe ser mantenida constante con el fin de obtener un producto que tenga un tamaño de partículas y densidad substancialmente homogéneos. Generalmente, un incremento en la velocidad de adición, disminuye tanto el tamaño de partícula como también la densidad. La velocidad de adición será seleccionada de manera que se mantenga la alcalinidad de la mezcla reaccional dentro de los límites anteriores en la concentración seleccionada de los ingredientes. Dentro de estos límites, la velocidad de adición puede ser variada para obtener un producto de tamaño de partícula y densidad
- 20.
 - 25.



299965

deseados.

- Según se ha indicado antes, la formación del óxido rojo de mercurio en el procedimiento de esta invención es a lo menos parcialmente dependiente de la alcalinidad de la solución reaccional. Así, la alcalinidad o la acidez de la solución reaccional debe ser controlada estrechamente durante la reacción. La alcalinidad o la acidez reaccional puede mantenerse a un nivel predeterminado ya sea por la lenta adición simultánea de hidróxido sódico y nitrato de mercurio al agua, ya sea por la adición simultánea de estos ingredientes a una velocidad constante más elevada en una solución acuosa de cloruro sódico. Se prefiere el último método, ya que el primer método no es comercialmente económico debido a la lenta velocidad de reacción y el producto resultante, el cual tiene un tamaño pequeño de partícula, en el orden de 4 a 7 micras, y una baja densidad, por ejemplo de 20 a 35 gramos por pulgada cúbica. El uso de cloruro sódico se prefiere igualmente, ya que el incremento en la cantidad de este ingrediente incrementa el tamaño de partícula y la densidad del producto.

- Aún cuando la proporción exacta de cloruro sódico no es crítica, se ha encontrado que a lo menos 35 partes en peso de cloruro sódico por 100 partes de nitrato mercuríco son requeridas para la conversión a un producto de óxido rojo de mercurio teniendo un tamaño de partícula de 7 a 25 micras y una densidad en



299965

el orden de 20 a 75 gramos por pulgada cónica. Pueden usarse cantidades incrementadas de cloruro sódico para obtener un producto de óxido rojo teniendo un mayor tamaño de partícula y una densidad más grande.

5. Después de haberse completado la conversión, el óxido rojo de mercurio, que ha precipitado durante la mezcla íntima, se separa de los subproductos solubles y materiales no reaccionados por decantación. El óxido rojo de mercurio así obtenido tiene muchos usos tal cual
10. o puede ser lavado, filtrado y secado para producir el producto comercialmente deseable.

15. Como una de las muchas ventajas del procedimiento de la presente invención, muy poco mercurio, en el orden de 5 partes por millón o menos, aparecerán en los subproductos, filtrados y lavazas, cuando se utilice exceso de hidróxido sódico y de cloruro sódico como se ha descrito aquí, y la mezcla y lavazas se mantendrán por lo menos ligeramente alcalinas a través de los
20. procesos de decantación y purificación. La escasa cantidad de mercurio en el líquido sobrenadante y lavazas permitá su disposición segura e inexpensiva y por tanto proporciona una ventaja sobre otros procedimientos que proporcionen corrientes de desperdicio conteniendo gran-
25. des cantidades de compuestos solubles de mercurio altamente tóxicos.

Como una ulterior realización de esta invención, la mezcla acuosa de cloruro ^{sódico} puede también contener una



29965

- menor proporción de carbonato sódico. La inclusión de una menor proporción de carbonato sódico en la mencionada mezcla ayuda en el control de la alcalinidad de la mezcla reaccional y la densidad del producto. Solamente se requieren menores cantidades, por ejemplo, cantidades del orden de 1 a 10 partes en peso de carbonato sódico por 100 partes en peso de nitrato de mercurio, han sido encontradas ser efectivas para controlar la densidad del producto.
- 5.
10. Las propiedades físicas del óxido rojo de mercurio producido por el procedimiento de esta invención pueden ser variadas a través de una amplia zona mediante ajuste de la concentración de los ingredientes y la velocidad de adición dentro de los límites antes establecidos. Por ejemplo, la densidad del producto es influenciada por la concentración y volumen de la mezcla de cloruro sódico. Así, generalmente la densidad del producto se incrementa con un incremento en la cantidad de cloruro sódico. Además, la dilución de los reactivos en una cantidad constante de solución de cloruro sódico saturada incrementa igualmente la densidad del producto.
- 15.
- 20.
25. Similarmente el tamaño de partícula del producto es también controlado parcialmente por la concentración y velocidad de adición de las soluciones de nitrato mercuríco y de hidróxido sódico. Por ejemplo, el tamaño de partícula del producto decrece cuando la velocidad de adición de las soluciones se incrementa. Así, para obtener un



299965

tamaño de partícula mayor, se disminuye la velocidad de adición.

5. El procedimiento de la presente invención y el control de las propiedades físicas mediante ajuste de las variables del procedimiento se comprenderá más fácilmente por los ejemplos que siguen, los cuales se ofrecen para ilustrar la invención, pero no se limita la invención a los mismos.

10. E J E M P L O 1

15. Una lechada acuosa de cloruro sódico (200 libras) fue cargada a una caldera provista de camisa de vapor, revestida de vidrio, equipada con un agitador. La lechada fue calentada a 100-105°C con vapor y agitada. Una solución acuosa (30 galones; 11,13 N) de nitrato mercúrico (281 libras) y una solución acuosa (27 galones; 11,65 N) de hidróxido sódico (105 libras) se adicionaron simultáneamente a la caldera a una velocidad de 3 galones por minuto, mientras que los contenidos de la caldera se mantuvieron a 100-105°C. Después de completarse la adición, la mezcla reaccional, que tenía una alcalinidad de aproximadamente 0,2 N, fue decantada y el óxido rojo de mercurio precipitado fue lavado con agua, filtrado en vacío y secado. El óxido rojo de mercurio así producido tenía un promedio de tamaño de partícula de 11,4 micras y una densidad de promedio de 62,0 gramos por pulgada cúbica.



18 MAR. 1964

EJEMPLO 2.

299965

5. Una solución acuosa (32 galones) de cloruro sódico (90 libras) y carbonato sódico (3 libras), que tiene una alcalinidad de 0,206 N, fue cargada a la caldera descrita en el Ejemplo 1, calentada a 100-105°C y agitada. Una solución acuosa (57 galones; 5,97 N) de nitrato mercuríco (246 libras) y una solución acuosa (57 galones; 5,90 N) de hidróxido sódico (113 libras) fueron adicionadas simultáneamente a la caldera a una
10. velocidad de 3 galones por minuto. Después de completarse la adición la mezcla reaccional tenía un volumen de 96 galones y una alcalinidad de 0,17 N. El óxido rojo de mercurio fue recuperado tal como se ha descrito en el ejemplo precedente, para obtener el producto con un
15. promedio de tamaño de partícula de 9,9 micras y un promedio de densidad de 49,0 gramos por pulgada cúbica.

EJEMPLO 3

20. Una solución acuosa (64 galones) de cloruro sódico (180 libras) y carbonato sódico (6 libras), que tiene una alcalinidad de 0,210 N, fue cargada en la caldera detallada en los ejemplos precedentes y calentada tal como se ha descrito en los mismos. Una solución
25. acuosa (30 galones; 9,1 N) de nitrato mercuríco (229 libras) y una solución acuosa (30 galones; 9,2 N) de hidróxido sódico (93 libras) fue adicionada simultáneamente a la caldera a una velocidad de 1 galón por minuto.



299965

Después de completarse la adición, la mezcla reaccional, que tenía un volumen de 124 galones y una alcalinidad de 0,16 N, fue elaborada tal como se ha descrito en el Ejemplo 1 para recuperar óxido rojo de mercurio teniendo un promedio de tamaño de partícula de 23,9 micras y un promedio de densidad de 70,2 gramos por pulgada cúbica.

E J E M P L O 4

10. Dos porciones de 32 galones de solución de cloruro sódico saturada (peso específico 1,2) que contiene carbonato sódico (0,2 N) fue cargada a calderas separadas del tipo descrito en el Ejemplo 1, calentadas a 100-105° y agitadas. Se adicionaron simultáneamente a cada caldera soluciones acuosas de nitrato mercuríco (33 galones; 4,41 N basado sobre HgO, y 4,87 N basado sobre HNO₃) e hidróxido sódico (31 galones; 5,12 N). Sin embargo, las soluciones acuosas fueron adicionadas a la caldera N° 1 a una velocidad de 3 galones por minuto, mientras que las soluciones acuosas fueron adicionadas a la caldera N° 2 a una velocidad de 1 galón por minuto. Una vez completadas las adiciones, la mezcla reacción en la caldera N° 1 tenía un volumen de 87,5 galones y una alcalinidad de 0,19 N, mientras que la mezcla reaccional en la caldera N° 2 tenía un volumen de 96 galones y una alcalinidad de 0,17 N. Las mezclas reaccionales fueron tratadas como se ha descrito en los ejemplos precedentes para recuperar óxido rojo de mercurio que tiene las siguientes propiedades:

299965

18



Producto de óxido rojo de mercurio

<u>Caldera N°</u>	<u>Tamaño de partícula, en micras</u>	<u>Densidad, gramos/pulgada cúbica</u>
1	5	38
2	16,5	55

5.

EJEMPLO 5

A una solución agitada de cloruro sódico saturada (500 cc; peso específico, 1,2), se adicionaron simultáneamente a una velocidad de 1,1 cc por minuto, en un período de 177 minutos, soluciones acuosas de nitrato mercúrico (200 cc; 10,70 N basado tanto en mercurio como ácido nítrico) e hidróxido sódico (200 cc; 10,70 N); mientras la mezcla reaccional se mantenía a 107-108°C. Tras completar la adición, la mezcla reaccional, que tenía una alcalinidad de aproximadamente 0,6 N, fue decantada y el óxido rojo de mercurio precipitado se lavó con agua, filtrado en vacío y secado. El óxido rojo de mercurio así producido tenía un contraste del 99,60%, un promedio de tamaño de partícula de 5,2 micras y una densidad de 28 gramos por pulgada cúbica.

10.

15.

EJEMPLO 6

Soluciones acuosas de nitrato mercúrico (105 cc; 11,03 N basado sobre mercurio y 11,86 N basado sobre HNO₃) e hidróxido sódico (105 cc; 11,85 N) fueron adicionados simultáneamente a agua destilada agitada (100 cc) calentada

25.



299965

a 100°-110°C, a una velocidad de aproximadamente 5 cc por minuto en un período de 20 minutos. Después de completada la adición, la mezcla reaccional, que tenía una alcalinidad de aproximadamente 0,1 N fue decantada y el óxido rojo de mercurio precipitado fue lavado con agua, filtrado en vacío y secado para obtener óxido rojo de mercurio como un sólido anaranjado que tenía un promedio de tamaño de partícula de 5 micras y una densidad de 33 gramos por pulgada cúbica.

= . . =



299965

NOTA

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones:

5. 1. Un procedimiento para la producción de óxido rojo de mercurio, el cual se caracteriza por adicionar simultáneamente nitrato mercuríco e hidróxido sódico al agua con agitación a una temperatura superior a unos 80°C, mientras se mantiene la alcalinidad de la mezcla reaccional desde aproximadamente 0,1 a aproximadamente 0,6 N; y recuperar el óxido rojo de mercurio precipitado de la mezcla reaccional mediante separación del líquido de la misma.
10. 2. Un procedimiento de la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que las soluciones acuosas de nitrato mercuríco e hidróxido sódico son adicionadas al agua,
15. 3. Un procedimiento de la reivindicación 2, caracterizado por el hecho de que las citadas soluciones acuosas se adicionan simultáneamente al agua con agitación en proporciones suficientes para formar una solución que tiene una alcalinidad comprendida entre aproximadamente
20. 0,1 y aproximadamente 0,6 N a una temperatura superior a unos 100°C, mientras se mantiene la alcalinidad de la mezcla reaccional a la citada normalidad, y se recupera un óxido rojo de mercurio que tiene un tamaño de partícula de aproximadamente 3 a aproximadamente 7 micras.



299965

4. Un procedimiento de la reivindicación 3, caracterizado por el hecho de que las citadas soluciones acuosas se adicionan en una proporción de por lo menos 24 partes en peso de hidróxido sódico por 100 partes en peso de nitrato mercúrico, y a una velocidad para formar la mencionada
5. solución que tiene la citada alcalinidad a una temperatura de unos 100°C a aproximadamente el punto de ebullición de la mezcla reaccional, y el óxido rojo de mercurio recuperado tiene una densidad desde aproximadamente 20 a aproximadamente 35 gramos por pulgada cúbica.
- 10.

5. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que las soluciones acuosas de nitrato mercúrico e hidróxido sódico se adicionan simultáneamente a una mezcla acuosa agitada de cloruro sódico se proporciones para formar una solución que tiene una alcalinidad entre aproximadamente 0,1 a aproximadamente 0,6 N a una temperatura superior a unos 80°C, mientras se mantiene la alcalinidad de la mezcla reaccional a la citada normalidad.
- 15.

20. 6. Un procedimiento de la reivindicación 5, caracterizado por el hecho de que las citadas soluciones acuosas se adicionan al mencionado cloruro sódico acuoso en una proporción de por lo menos 24 partes en peso de hidróxido sódico por 100 partes en peso de nitrato mercúrico, y a una velocidad para formar la citada solución teniendo la mencionada alcalinidad.
- 25.

299965



5. 7. Un procedimiento de la reivindicación 5 ó 6, caracterizado por el hecho de que la mezcla de cloruro sódico acuosa contiene por lo menos 35 partes en peso de cloruro sódico por 100 partes en peso de nitrato mercuríco en la primera solución.

8. Un procedimiento de la reivindicación 5, 6 ó 7, caracterizado por el hecho de que la mezcla agitada contiene asimismo una menor proporción de carbonato sódico.

10. 9. Un procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 5 a 8, caracterizado por el hecho de que la temperatura de la solución resultante es de aproximadamente 80° a aproximadamente 125°C.

15. 10. Un procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 5 a 9, caracterizado por el hecho de que el óxido rojo de mercurio se recupera mediante filtración de la mezcla resultante.

11. Un procedimiento para la producción de óxido rojo de mercurio.

20. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 16 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 18 MAY 1964

p.a.

JAIME ISERN

P. P.