

307675

6 FEB. 1965

P. 28.317

1670 S



6 FEB. 1965

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

de

PATENTE DE INVENCION

formulada el 29 de diciembre de 1964, con el nº 307.675

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

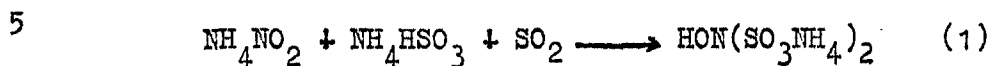
a nombre de STAMICARBON N.V., entidad holandesa, establecida en 2 van der Maesenstraat, Heerlen, Holanda, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE OXIMAS"

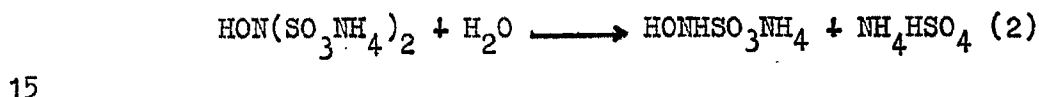
El presente invento se refiere a la preparación de oximas haciendo reaccionar una solución que contiene hidroxilamina con un compuesto organico que contiene un grupo carbonilo. Mas particularmente, el invento se refiere a un procedimiento de preparación de oxima en que se obtiene la solución de hidroxilamina reduciendo una solución que contiene un nitrito y un bisulfito, con dióxido de azufre, e hidrolizando seguidamente la sal resultante de ácido hidroxilamino disulfónico.



La preparación de la solución de hidroxilamina comprende, preferiblemente, hacer reaccionar una solución que contiene nitrito amónico y bisulfito amónico con dióxido de azufre, de acuerdo con la ecuación de reacción:



produciendo así la sal amónica del ácido hidroxilamino-disulfónico. El pH de la solución de sal es ajustado convenientemente a un pH aproximadamente de 2, preferiblemente por adición de un ácido inorgánico, tal como ácido sulfúrico, y después de esto se calienta en presencia de agua para hidrolizar la sal de acuerdo con la siguiente ecuación:



produciendo así la sal amónica del ácido hidroxilamino-monosulfónico y bisulfato amónico. La sal amónica del ácido hidroxilamino-monosulfónico es nuevamente hidrolizada de acuerdo con la ecuación de reacción:



para producir sulfato de hidroxilamonio-amónico, siendo el producto de reacción así obtenido una solución de una mezcla de bisulfato amónico y sulfato de hidroxilamonio-amónico.

Hasta ahora, en la preparación de una solución que contiene hidroxilamina para su utilización en la síntesis de oximas, el producto de hidrólisis de la ecuación (3) anterior era tratado con NH_3 para neutralizar la solución ácida, convirtiendo así el bisulfato amónico en sulfato

307875



to amonico. Además, en los procedimientos de técnicas an-
teriores la sal de hidroxilamina utilizada en la reacción
de síntesis de oxima liberaba bisulfato amonico ácido que
era convertido en sulfato amonico introduciendo NH_3 en la
5 reacción. Así, de acuerdo con las enseñanzas de las téc-
nicas anteriores, se consumía una cantidad teórica total
de dos moles de NH_3 por cada mol de hidroxilamina requeri-
do en la reacción de síntesis de oxima, utilizándose el
 NH_3 para convertir el bisulfato amonico en sulfato amoni-
10 co. En un tiempo, la producción de sulfato amonico era con-
veniente, ya que este representaba un subproducto comercial-
mente atractivo empleado generalmente como fertilizante.
Sin embargo, hoy día su producción no es comercialmente
atractiva, y los procedimientos de tecnicas anteriores que
15 dan como resultado su producción no son tampoco económica-
mente atractivos ya que requieren la utilización del NH_3
sintetico relativamente caro.

Por ésto, es un objeto del presente invento pro-
porcionar un procedimiento para la producción de oxima que
20 supera las desventajas de los métodos de tecnicas anterio-
res.

Otro objeto del presente invento es proporcionar
un procedimiento para la producción de oximas a partir de
compuestos alifaticos, aliciclicos, así como aromaticos,
25 con un grupo carbonilo, tales como aldehidos o cetonas,
en el que, además de la oxima, se recupera bisulfato amoni-
co.

Se ha encontrado ahora que se pueden lograr es-
tos objetos realizando la preparación de oxima, de acuerdo
30 con el invento, sustancialmente en una mezcla de reacción,



que, además de sulfato de hidroxilamonio-amonio, contiene bisulfato amonico, utilizando en la mezcla de reacción una cantidad tal de sulfato amonico que, debido al efecto tamponador de la combinación de sulfato amonico y bisulfato amonico, el pH de la mezcla de reacción se mantiene entre 1,5 y 3,0 aproximadamente, durante toda la preparación de oxima. Subsiguientemente a la separación de la oxima, es descargada la solución remanente que contiene bisulfato amonico libre. Para obtener un valor de pH de 1,8 a 2,0 aproximadamente la relación molar sulfato amonico:bisulfato amonico, al final de la formación de oxima, debiera ser aproximadamente 1:1.

La oxima resultante puede ser separada facilmente de la solución que contiene sulfato amonico y bisulfato amonico, ya que a una temperatura suficientemente alta flota como una capa fundida sobre la solución acuosa situada debajo. Para completar la formación de oxima en dicha solución acuosa en una etapa subsiguiente, el valor del pH puede ser elevado en esta etapa por medio de pequeñas cantidades de amoniaco, con lo cual el resto del aldehído o de la cetona es convertido en la oxima.

La descarga de solución acuosa puede ser utilizada como tal, con utilización de sus propiedades acidas, pero se ha encontrado también ventajoso cristalizar primeramente sulfato amonico de la solución por enfriamiento, para separarlo de la solución y reciclarlo seguidamente al proceso de preparación de oxima.

La preparación de oxima de acuerdo con el presente invento se describirá con más detalle con referencia a las figuras en que:

307675



La figura 1, ilustra esquemáticamente una preparación de oxima partiendo de una solución neutralizada de sulfato amonico y sulfato de hidroxilamonio, y

La figura 2, ilustra esquemáticamente un procedimiento de preparación de oxima partiendo de una solución acida que contiene bisulfato amonico y sulfato de hidroxil-amonio.

Cuando se hace uso de una solución de sulfato de hidroxilamonio que ya ha sido neutralizada, se ha encontrado ventajoso realizar la reacción de oxima en dos etapas, tal como se ilustra en la figura 1, impidiendo así esencialmente cualquier producción secundaria de sulfato amonico. Cuando se hace uso de una solución de sulfato de hidroxilamonio todavía acida, se ha encontrado deseable llevar a cabo la reacción de oxima en tres etapas. con un valor creciente de pH, tal como se muestra en la figura 2.

Refiriéndonos ahora la figura 1, la oxima se produce en dos reactores A_2 y A_3 dispuestos en serie, cada uno de los cuales está asociado con un separador S_2 y S_3 respectivamente. En estos separadores la oxima que se forma en los reactores es separada como capa superior de la capa acuosa situada debajo. El extractor A_1 , con su separador S_1 , sirve para liberar a la capa acuosa, descargada del separador S_2 a través del conducto 12, de oxima y sal de hidroxilamonio todavía disueltas, por extracción, siendo el agente de extracción utilizado el aldehído o cetona a convertir en oxima. El agente de extracción es alimentado al extractor A_1 a través del conducto 4. Como una realización alternativa, este proceso de extracción se puede

307675



de llevar a cabo también en las dos etapas, utilizando dos recipientes de extracción dispuestos en serie.

La mezcla presente en el tanque A_1 fluye a través del conducto 5 dentro del separador S_1 y en éste se separa en dos capas. La capa superior de aldehído o cetona es llevada por el conducto 6 al reactor de oxima A_2 . En este reactor se introduce también, a través de los conductos 1 y 2, una solución de sulfato de hidroxilamonio y sulfato amónico, que sale del reactor D de síntesis de hidroxilamina. La temperatura en el reactor A_2 es suficiente para mantener fluida a la oxima formada en él. Adicionalmente, se introduce en el reactor A_2 , a través del conducto 11, la capa acuosa producida en el separador S_3 . Esta capa consiste esencialmente en una solución de sulfato amónico. El pH de la mezcla de reacción en el reactor A_2 está entre 1,7 y 2,0 aproximadamente. A través del conducto 7 la mezcla de reacción del reactor A_2 es llevada al separador S_2 . La mezcla de reacción se separa en una capa superior que contiene oxima y en una ligera cantidad de aldehído o cetona no transformada, que, a su vez, es conducida al reactor de oxima A_3 a través del conducto 8. En el reactor A_3 se introduce también una pequeña cantidad de sulfato de hidroxilamonio por el conducto 3. El pH de la mezcla de reacción en el reactor A_3 se mantiene en 4,5 aproximadamente por adición a éste de amoníaco acuoso del tanque 23.

A través del conducto 9 la mezcla de reacción del reactor A_3 es llevada al separador S_3 en el que se separa en dos capas. La capa superior, consistente esencialmente en oxima, es sacada como producto por el conducto

3 0 7 6 7 5



6 FEB 1962

10.

La capa acuosa formada en el separador S_1 , que comprende una solución de bisulfato amónico y sulfato amónico, fluye a través del conducto 13 en la columna de separación B, en la que el aldehído o cetona que no ha reaccionado, todavía disuelto es separado por medio de vapor de agua alimentado en aquella a través del conducto 16. La cetona o aldehído no reaccionada recuperada es devuelta al conducto 4 por el conducto 14. La solución acida de bisulfato amónico y sulfato amónico sacada de la columna de extracción B a través del conducto 15 es muy apropiada para la absorción de NH_3 procedente de gas de horno de coque.

Refiriéndonos ahora a la figura 2, la reacción de oxima tiene lugar en tres reactores A_1 , A_2 y A_3 dispuestos en serie. La oxima formada en cada reactor es separada en los separadores S_1 , S_2 y S_3 asociados con los reactores, A_1 , A_2 y A_3 , respectivamente, como una capa superior líquida desde la capa acuosa inferior.

El tanque A_0 con su separador S_0 sirve para extraer oxima y sal de hidroxilamina, todavía disueltas de la capa acuosa descargada, a través del conducto 13, desde el separador S_1 . El compuesto orgánico que contiene un grupo carbonilo, es decir un aldehído o cetona a convertir en oxima, es alimentado al tanque A_0 a través del conducto 4 como agente de extracción, y es conducido al reactor de oxima A_1 por el tanque A_0 , conducto 4a, separador S_0 y conducto 4b.

A través del conducto 1 se introduce en el reactor A_1 una solución de sulfato de hidroxilamonio que sa-



le del reactor D de síntesis de hidroxilamina. La solución contiene adicionalmente bisulfato amónico.

Una capa acuosa que contiene bisulfato amónico y sulfato amónico, que es sacada del fondo del separador S₂, es conducida a través del conducto 12 al reactor A₁ para ajustar el pH de la mezcla de reacción, contenida en éste, a aproximadamente 1,4-1,8. El compuesto que contiene un grupo carbonilo es introducido en el reactor A₁ a través del conducto 4b y puede comprender, por ejemplo, una corriente de ciclohexanona. La mezcla de reacción es caracterizada por una eficacia de conversión en oxima del 85% fluye a través del conducto 5 y entra en el separador S₁. La capa superior formada en el separador S₁, que consiste en oxima fundida y algo de ciclohexanona, es conducida por el conducto 6 al reactor de oxima A₂, en el que continúa la formación de oxima después de introducir en él una pequeña cantidad de solución de sulfato de hidroxilamónico, por el conducto 2, y de sulfato amónico del separador Q, por el conducto 19. La capa acuosa inferior separada en el separador S₃ es llevada por el conducto 11 al reactor A₂. La mezcla total de reacción presente en el reactor A₂ tiene un valor de pH de aproximadamente 2,8. El producto de reacción del reactor A₂ es introducido subsiguientemente en el separador S₂ por el conducto 7, en el que se separa en una capa superior y otra inferior. La capa superior comprende oxima fundida, que contiene una pequeña cantidad de ciclohexanona que no ha reaccionado. Esta capa superior es introducida a través del conducto 8 en el reactor A₃. Adicionalmente, en el reactor A₃ se introduce, a través del conducto 3, sulfato de hidroxil

3 0 7 6 7 5



amonio, y desde el tanque 23, agua amoniacaal en una cantidad suficiente para ajustar el pH de la mezcla de reaccion en el reactor A_3 a aproximadamente 4, 5. Con este valor de pH la conversión en oxima es practicamente completa (eficacia 99,99%). Después de la terminación de la reaccion, el producto de reaccion es introducido a través del conducto 9 en el separador S_3 en el que se separa de nuevo en una capa superior y una capa inferior. La capa superior comprende oxima fundida que es descargada como producto a través del conducto 10. La capa inferior comprende una solución acuosa de sulfato amonico que es reciclada a través del conducto 11 al precedente reactor de oxima A_2 . La capa inferior acuosa formada en el separador S_1 que, a diferencia de las soluciones acuosas descargadas desde los fondos de los separadores S_2 y S_3 , contiene además de sulfato amonico y bisulfato amonico, algo de oxima y sal de hidroxilamonio disueltas, debido al bajo pH de la mezcla contenida en el separador S_1 . La capa acuosa inferior del separador S_1 es conducida a través del conducto 13 al tanque A_0 , en que es extraida con una carga de un agente de extracción, por ejemplo, ciclohexanona. Subsiguientemente, es separada de la ciclohexanona en el separador S_0 . La solución acuosa inferior del separador S_0 pasa, a través del conducto 13a, a la columna de separación B, en que la ciclohexanona disuelta es sometida a separación por medio de vapor de agua, suministrado a éste a través del conducto 16. Este agente de extracción, es decir ciclohexanona, es devuelto entonces a la conducción de alimentación de agente de extracción 4 a través del conducto 14, mientras que la solución descargada de la colum-



na de separación B es introducida en el evaporador P a través del conducto 15.

El agua evaporada del evaporador P escapa a través del conducto 18. Una suspensión de cristales de sulfato amonico, en una solución concentrada, formada en el evaporador P, es conducida al separador Q a través del conducto 17. Aquí la masa cristalina es separada e introducida en el reactor A_2 a través del conducto 19. A través del conducto 20 las aguas madres son conducidas al cristalizador R en el que una mezcla de sulfato amonico y bisulfato amonico es separada y reciclada al evaporador P a través del conducto 21. Las aguas madres del cristalizador R son descargadas de éste a través del conducto 22 y pueden ser empleadas ventajosamente, por ejemplo, para la descomposición de mineral de fosfato, o para la absorción de NH_3 procedente de gas de horno de coque.

Es también posible continuar la evaporación de la solución en el evaporador P y utilizar el bisulfato amonico resultante en la transposición de oxima a lactama.

Ejemplo 1.

En un procedimiento para la preparación de oxima llevado a cabo de acuerdo con la ilustración esquemática mostrada en la figura 1, el reactor A_2 , en el que tiene lugar la primera etapa de preparación de oxima, es suministrado a través del conducto 6 con una solución que contiene:

307675



78 moles de ciclohexanona

24,6 moles de oxima

1,6 moles de NH_4HSO_4

20 moles de H_2O .

5

A través del conducto 2 se introduce también en el reactor A_2 una solución que sale del reactor D de sin tesis de hidroxilamina, consistiendo dicha solución en:

10

87 moles de $\text{NH}_3\text{OH} \cdot \text{NH}_4\text{SO}_4$

108,3 moles de $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$

11,31 moles de NH_4NO_3

7,4 moles de NH_3

1814 moles de H_2O .

15

Adicionalmente, por el conducto 11, se introduce también en el reactor A_2 una solución consistente en:

20

28,8 moles de $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$

2 moles de $\text{NH}_3\text{OH} \cdot \text{NH}_4\text{SO}_4$

1,69 moles de NH_4NO_3

335 moles de H_2O

25 El pH de la mezcla en el reactor A_2 es aproximadamente 2,2-2,3. El producto de reacción formado en el reactor A_2 es llevado a través del conducto 7 al separador S_2 , en el que se forman una capa superior y una capa inferior. La capa superior comprende, principalmente, oxi ma y es pasada al reactor A_3 a través del conducto 8. La
30 composición de la capa de oxima es:



11 moles de ciclohexanona sin reaccionar
 89,1 moles de oxima
 1,6 moles de NH_4HSO_4
 35 moles de H_2O

5

Adicionalmente, se introduce en el reactor A_3 por el conducto 3, una solución de hidroxilamina que consiste en:

10 13 moles de $\text{NH}_3\text{OH} \cdot \text{NH}_4\text{SO}_4$
 16,2 moles de $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$
 1,69 moles de NH_4NO_3
 1,1 moles de NH_3
 271 moles de H_2O

15

Además, desde el depósito 23 se lleva amoníaco acuoso, en una cantidad de 11,5 moles de amoníaco y 45 moles de agua, al reactor A_3 .

El pH de la mezcla de reacción en el reactor A_3 es aproximadamente 4,3-4,5. El producto de reacción del reactor A_3 es llevado al separador S_3 por el conducto 9, donde se separa de nuevo en una capa superior y una capa inferior. La capa superior consiste esencialmente en:

25 99,99 moles de oxima
 0,01 moles de ciclohexanona
 27 moles de H_2O

y es descargada como producto a través del conducto 10.

30 La capa acuosa inferior formada en el separador

307875



S₃ es introducida en el reactor A₂ a través del conducto 11.

La capa acuosa inferior formada en el separador S₂ consiste esencialmente en:

5

22 moles de sulfato $\text{NH}_3\text{OH} \cdot \text{NH}_4\text{SO}_4$

144,5 moles de $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$

59,6 moles de NH_4HSO_4

13 moles de $\text{NH}_4 \cdot \text{NO}_3$

10

2,6 moles de oxima

2201 moles de H_2O

y es enviada a través del conducto 12 al recipiente de extracción A₁. Allí es mezclada con 100,2 moles de ciclohexanona alimentada a través del conducto 4. La mezcla es enviada entonces al separador S₁ en el que forma dos capas, una capa superior y otra inferior, consistiendo la capa superior principalmente en ciclohexanona, juntamente con una pequeña cantidad de oxima. Esta capa superior es introducida entonces en el reactor A₂ a través del conducto 6. La solución acuosa inferior formada en el separador S₁ es enviada a la columna de separación B a través del conducto 13.

Una corriente de ciclohexanona separada (0,2 moles + 1 mol de agua) es devuelta al conducto 4 a través del conducto 14. A través del conducto 15, una solución final consistente en:

80 moles de NH_4HSO_4

144,5 moles de $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$

30

307675



13 moles de NH_4NO_3
 2203 moles de H_2O

es sacada de la columna de separación B.

5 El procedimiento realizado de la manera antes mencionada produce solamente 20 moles de sulfato amónico por 100 moles de sulfato de hidroxilamónico, mientras que el contenido de ácido libre de 80 moles de bisulfato amónico permanece disponible para su nueva aplicación.

10

Ejemplo 2.

En un procedimiento para la preparación de oxima realizado de acuerdo con la ilustración esquemática mostrada en la figura 2, el reactor A_1 es suministrado a través del conducto 4b, con una solución consistente en:

78 moles de ciclohexanona
 26 moles de oxima
 20 1,6 moles de NH_4HSO_4
 20 moles de H_2O

A través del conducto 1, se introduce también en el reactor A_1 una solución que sale del reactor D de síntesis de hidroxilamina, consistiendo dicha solución en:

70 moles de $\text{NH}_3\text{OH} \cdot \text{NH}_4\text{SO}_4$
 85,4 moles de NH_4HSO_4
 1,4 moles de $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$
 30 9,10 moles de NH_4NO_3

307675



847 moles de H_2O

Adicionalmente, por el conducto 12 se introduce también en el reactor A_1 una solución consistente en:

5

10 moles de $NH_3OH \cdot NH_4SO_4$

39,44 moles de NH_4HSO_4

198,95 moles de $(NH_4)_2SO_4$

3,90 moles de NH_4NO_3

10

1435 moles de H_2O

El pH de la mezcla de reacción en el reactor A_1 es aproximadamente 1,6. El producto de reacción formado en el reactor A_1 es llevado a través del conducto 5 al separador S_1 en el que se separa en dos capas. La capa superior consiste principalmente en oxima y tiene la siguiente composición:

15

81,35 moles de oxima

20

20 moles de ciclohexanona

1,2 moles de NH_4HSO_4

14 moles de H_2O

25

Esta capa superior es enviada al reactor A_2 a través del conducto 6.

El reactor A_2 es suministrado también a través del conducto 2 con una solución de hidroxilamina consistente en:

30

22 moles de $NH_3OH \cdot NH_4SO_4$



26,84 moles de NH_4HSO_4
 0,44 moles de $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$
 2,86 moles de NH_4NO_3
 266,2 moles de H_2O

5

Además, la capa inferior acuosa del separador S_3 , que
 consiste en:

1,01 moles de $\text{NH}_3\text{OH} \cdot \text{NH}_4\text{SO}_4$
 18,51 moles de $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$
 1,04 moles de NH_4NO_3
 0,05 moles de oxima
 181,8 moles de H_2O

15 es introducida en el reactor A_2 por el conducto 11. Tam-
 bien, se introduce en el reactor A_2 , a través del conduc-
 to 19, una suspensión de cristales de sulfato amonico que
 sale del cristalizador Q (180 moles de sulfato amonico,
 101 moles de agua), mientras que a través del conducto
 20 18a, se hacen pasar 900 moles de agua a este reactor.

El pH de la mezcla de reacción en el reactor A_2
 es aproximadamente 2,4. El producto de reacción formado
 en el reactor A_2 es llevado por el conducto 7 al separa-
 dor S_2 , en el que se separa en dos capas. Del separador
 25 S_2 la capa superior que contiene oxima fluye al reactor
 A_3 a través del conducto 8. La composición de esta capa
 de oxima es:

93,05 moles de oxima
 30 7 moles de ciclohexanona

307675



1,6 moles de NH_4HSO_4
35 moles de H_2O

5 El reactor A_3 es suministrado también, a través del conducto 3, con una solución de hidroxilamina consistente en:

8 moles de $\text{NH}_3\text{OH} \cdot \text{NH}_4\text{SO}_4$
9,76 moles de NH_4HSO_4
10 0,16 moles de $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$
1,04 moles de NH_4NO_3
96,8 moles de H_2O

15 y, desde el tanque 23, con agua amoniacal (18,35 moles de amoníaco, 70 moles de agua). El pH de la mezcla de reacción en el reactor A_3 es ajustado correspondientemente a aproximadamente 4,4. A través del conducto 9 el producto de reacción formado en el reactor A_3 es pasado al separador S_3 en el que, de nuevo, se separa en dos capas. La capa superior de oxima aquí formada, cuya composición es:

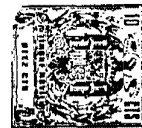
20

99,99 moles de oxima
0,01 moles de ciclohexanona
25 27 moles de H_2O

es descargada como producto a través del conducto 10.

A través del conducto 11, la capa acuosa del separador S_3 es alimentada en el precedente reactor de oxima A_3 . La capa acuosa inferior formada en el separador S_1 tiene la siguiente composición:

30



	22	moles de $\text{NH}_4\text{OH} \cdot \text{NH}_4\text{SO}_4$
	184,44	moles de NH_4HSO_4
	200,35	moles de $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$
	13,0	moles de NH_4NO_3
5	4	moles de oxima
	2346	moles de H_2O

y es pasada a través del conducto 13 al recipiente mezclador A_0 . Allí es tratada con ciclohexanona (100,2 moles) alimentada a través del conducto 4. La mezcla del recipiente A_0 es introducida seguidamente a través del conducto 4a en el separador S_0 , desde donde la capa superior consistente principalmente en ciclohexanona es alimentada en el reactor A_1 a través del conducto 4b.

15 La capa acuosa inferior del separador S_0 que es tá libre de hidroxilamina y oxima es pasada a través del conducto 13a a la columna de separación B, en la que se separan 0,2 moles de ciclohexanona y un mol de agua por medio de vapor de agua alimentado a través del conducto 20 16. Después de ésto la ciclohexanona y el agua son recicladas al conducto 4 a través del conducto 14.

A través del conducto 15 la solución de la columna de separación B, que contiene esencialmente sulfato amónico y bisulfato amónico, es pasada al evaporador 25 P. Parte del agua evaporada resultante (900 moles) pasa a través del conducto 18a al reactor A_2 , siendo descargado el resto (872 moles) a través del conducto 18.

La suspensión de cristales formada en el evaporador P es conducida al separador Q. Mientras la masa de 30 cristales separados (180 moles de sulfato amónico, 101

3 0 7 6 7 5



moles de agua) es pasada a través del conducto 19 al reactor A₂, las aguas madres resultantes son sometidas a nuevo enfriamiento en el cristizador R, en el que es separado un compuesto consistente en sulfato amónico y bisulfato amónico (150 moles de NH₄HSO₄, 150 moles de (NH₄)₂SO₄, 95 moles de H₂O). Esta masa es devuelta al evaporador P a través del conducto 21.

A través del conducto 22 es descargada una solución consistente en:

10

200,84 moles de NH₄HSO₄
20,35 moles de (NH₄)₂SO₄
13,0 moles de NH₄NO₃
57,5 moles de H₂O

15

Así, el procedimiento, cuando se realiza de la manera antes mencionada pone a la disposición de otras aplicaciones el contenido de ácido de 200 moles de bisulfato amónico por 100 moles de oxima producida, lo cual significa un considerable ahorro en el consumo de amoníaco.

20

La presente solicitud, que corresponde a la presentada en Holanda, el 30 de diciembre de 1963, bajo el número 302.789, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

25

N O T A

30

Los puntos de invención propia y nueva, que se



presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

- 5 1.- Un procedimiento para la preparación de oximas que comprende hacer reaccionar un compuesto orgánico que contiene un grupo carbonilo con una solución de sulfato de hidroxilamonio en presencia de sulfato amónico presente en cantidades suficientes para tamponar la mezcla de reacción a un pH suficiente para compensar o reducir
10 la influencia reductora del pH del ácido liberado durante la reacción de formación de la oxima y separar la oxima resultante de la mezcla de reacción, comprendiendo dicha solución de sulfato de hidroxilamonio el producto de reacción de dióxido de azufre con nitrito amónico y bisulfato amónico.
15
- 2.- Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que el pH es mantenido a aproximadamente 1,5-3,0.
- 3.- Un procedimiento según la reivindicación 2, en el que el pH es mantenido a aproximadamente 1,8-2,0.
- 20 4.- Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que la solución de sulfato de hidroxilamonio contiene bisulfato amónico.
- 25 5.- Un procedimiento según la reivindicación 4, en el que el bisulfato amónico está presente en una cantidad de aproximadamente un mol por mol de sulfato de hidroxilamonio.
- 30 6.- Un procedimiento para la preparación de oximas, que comprende hacer reaccionar un compuesto orgánico que contiene un grupo carbonilo con una solución de sulfato de hidroxilamonio en presencia de sulfato amónico

307675



6 FEB 1954

en unas etapas primera y final conectadas en serie, mantene
ner el pH de la mezcla de reacción a 1-2 en la primera
etapa de reacción y mantener el pH de la mezcla de reac-
ción a aproximadamente 4-5 en la etapa final de reacción,
5 separar una primera solución de oxima resultante que con-
tiene un compuesto orgánico sin reaccionar que contiene un
grupo carbonilo procedente de la primera etapa de reacción,
conducir dicha primera solución de oxima resultante a dicha
etapa final de reacción, separar la oxima final resultante
10 desde la etapa final de reacción, comprendiendo dicha solu-
ción de sulfato de hidroxilamonio el producto de reacción
de dióxido de azufre con nitrito amónico y bisulfato amóni-
co.

7.- Un procedimiento según la reivindicación 6,
15 en el que el pH de la primera etapa de reacción es manteni-
do a aproximadamente 1,7-2,0.

8.- Un procedimiento según la reivindicación 6,
en el que el pH de la etapa final de reacción es mantenido
a aproximadamente 4,5.

9.- Un procedimiento según la reivindicación 7,
20 que incluye una etapa de reacción intermedia mantenida a
un pH de aproximadamente 2,4.

10.- Un procedimiento según la reivindicación 6,
en el que la solución de sulfato de hidroxilamonio contie-
25 ne bisulfato amónico.

11.- Un procedimiento según la reivindicación
10, en el que el bisulfato amónico está presente en una
cantidad de aproximadamente un mol por mol de sulfato de
hidroxilamonio.

30 12.- Un procedimiento según la reivindicación 6,

307875



que incluye añadir a la etapa final de reacción un compuesto que presenta reacción alcalina.

13.- Un procedimiento para la preparación de oximas.

5 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y para los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de veintidós hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

6 FEB. 1965

P.A.

de Elizabeta
Por
Arda

MMP.

999.000

307675

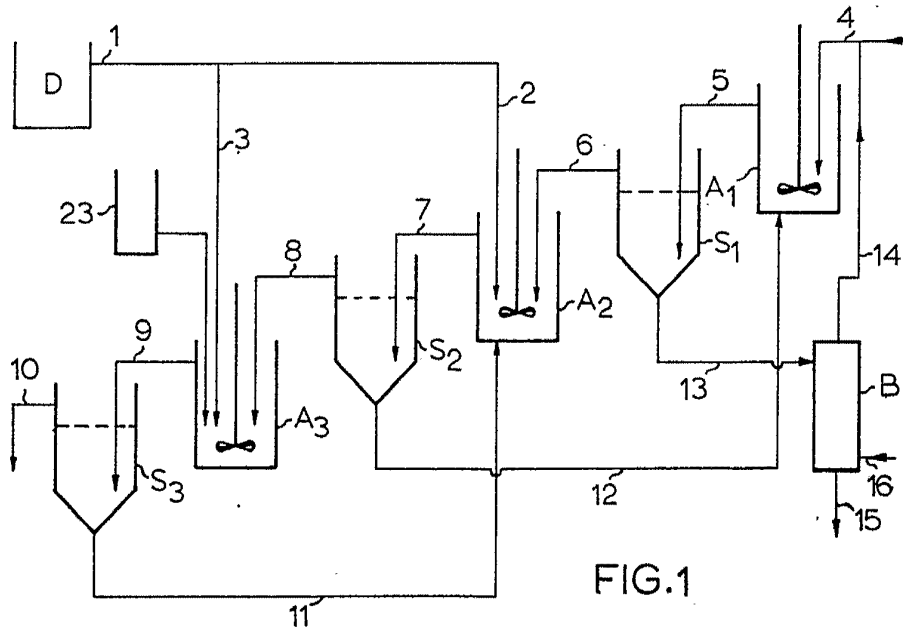


FIG.1

Alberto de Galarza
Por Poderes

307675

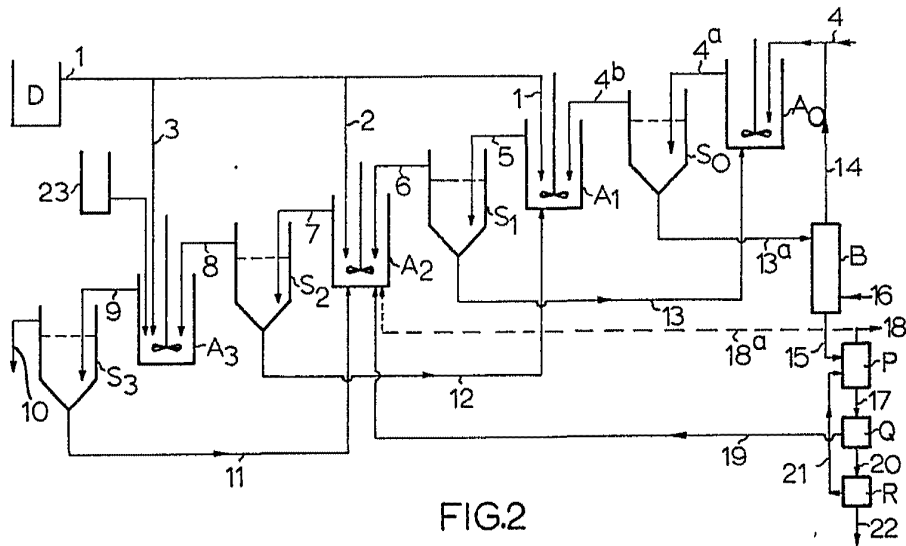


FIG.2

Alberto de Elizabur
Por. Podes.