

319839

20 NOV 1911



PATENTE DE INTRODUCCION

O.Z. 17 230

Memoria Descriptiva
sobre

"PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE
SULFATO DE HIDROXILAMONIO".

Solicitante: BADISCHE ANILIN- & SODA- FABRIK AKTIENGESELLSCHAFT,
entidad alemana, residente en: Ludwigshafen/Rhein,
República Federal Alemana.

Es conocido el método de reducir óxido nítrico con hidrógeno en presencia de catalizadores de platino, en medio ácido, para obtener sales de hidroxilamonio. En el caso de emplear ácido sulfúrico diluído como medio ácido para llevar a cabo la

5.



reacción citada, la actividad de los catalizadores de platino disminuye tan rápidamente que resulta poco económica la producción de sulfato de hidroxilamonio conforme al método arriba indicado.

5. Encontrose, sin embargo, un método para aumentar considerablemente la duración de catalizadores en ácido sulfúrico diluído que consiste en someter el ácido sulfúrico a un tratamiento previo con agentes oxidantes, siendo para tal efecto especialmente apropiados el peróxido de hidrógeno y los compuestos del grupo peroxi, tales como por ejemplo, peróxido de sodio, persulfatos alcalinos, ácido de Caro, percarbonatos y perboratos alcalinos. Pueden emplearse con ventaja también los agentes de oxidación fuertes, como son el permanganato potásico y el ácido nítrico, no siendo, sin embargo, menos apropiados los agentes oxidantes débiles, por ejemplo, las sales del ácido nitroso.
- 10.
- 15.
20. En el proceso de producción de hidroxilamina se emplea ácido sulfúrico diluído, siendo por regla general indiferente que el ácido sulfúrico concentrado se trate con los agentes oxidantes antes de la dilución o que estos agentes se agreguen al ácido sulfúrico ya diluído. En vista de los aparatos utilizados, conviene realizar el tratamiento previo con los mencionados agentes oxidantes en una caldera provista de un mecanismo de agitación, a temperatura ambiente. El ácido sulfúrico está listo para su empleo una hora después de añadir el agente oxidante.
- 25.
- 30.

319839 - 3 -



- Los agentes de oxidación se emplean en cantidades muy pequeñas; sin embargo, un ligero exceso de estos agentes no conduce a perturbaciones graves, ya que tal exceso desaparece rápidamente al llegar en contacto con el catalizador de platino y el hidrógeno, durante la hidrogenación de óxido nítrico con hidrógeno. La cantidad de agentes oxidantes añadida por litro de ácido sulfúrico concentrado debe ser aproximadamente igual al poder oxidante de 0,02 a 0,1 partes equivalentes de oxígeno.
- 5.
- 10.

- En muchos casos basta someter el ácido sulfúrico a un tratamiento previo con gases oxidantes, por ejemplo, gases que contienen oxígeno, como el aire, siendo el método más adecuado en este caso el de insuflar el aire a través del ácido concentrado, a temperatura algo elevada comprendida entre 50 y 80°C aproximadamente.
- 15.

- En este caso, la duración del tratamiento asciende a 10 horas aproximadamente, siendo, por lo tanto, más larga que en el caso de utilizar los oxidantes antes mencionados.
- 20.

- No era de esperar este sorprendente efecto favorable del tratamiento oxidante del ácido sulfúrico sobre la duración de los catalizadores, ya que por regla general, es preciso que los catalizadores de hidrogenación se mantengan al abrigo de todo agente oxidante, para que no pierdan su actividad.
- 25.

EJEMPLO :

30. En seis recipientes idénticos A, B, C, D,



20 NOV 1955

- E y F, provistos de mecanismo de agitación, se introduce una cantidad de cada vez 4 l de disolución 3'5N de H_2SO_4 y 25 g de un catalizador con un 4% en peso de platino. Bajo condiciones idénticas se añade
5. al contenido de estos recipientes, a 45°C y presión atmosférica, una mezcla de 36 litros de óxido nítrico normal y 68,5 litros de hidrógeno normal. El ácido sulfúrico contenido en el recipiente A no ha recibido tratamiento previo alguno, mientras que el ácido
10. sulfúrico de los recipientes restantes B hasta F ha sido sometido previamente al tratamiento oxidante a continuación descrito: Después de la dilución con agua, el ácido destinado al recipiente B fue tratado con 80 ml de peróxido de hidrógeno al 3% por litro
15. de ácido concentrado; el ácido del recipiente C, con 5 g de ácido nítrico al 68% por litro de ácido sulfúrico concentrado; el ácido destinado a D, con 1,6 g de $KMnO_4$ por litro de ácido sulfúrico concentrado; y el ácido de E, con 6 g de persulfato de amonio por
20. litro de ácido sulfúrico concentrado. La temperatura aplicada en cada caso ascendió a 22°C. Los ácidos tratados se introdujeron en los recipientes B hasta E después de haber reaccionado durante una hora con el agente oxidante respectivo. Antes de diluir el
25. ácido destinado al recipiente F, se insufla una corriente regular de aire a través de este ácido, a una temperatura de 60°C y ascendiendo la duración del tratamiento a 12 horas. Al cabo de cada vez 6 horas, se separa el catalizador para añadirle ácido
30. nuevo, es decir, ácido sulfúrico sin tratar en el



20 NOV 1954

- caso del recipiente A, y los ácidos sulfúricos pre-tratados, en el caso de los recipientes B hasta F. Después de agregar cinco veces ácido nuevo, la actividad del catalizador contenido en el recipiente A
5. -medida a base de la cantidad de óxido nítrico trans formada- ha bajado al 24% de la actividad inicial (42,6 g NO/g platino y hora). La actividad del catalizador en el recipiente B ha permanecido constante, mientras que en el recipiente C ha bajado al 87%, en
10. el recipiente D, al 94%, en el recipiente E, al 98% y en el recipiente F, al 72%

- NOTA -

- Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en
15. la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Introducción, por 10 años en España:
20. "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE SULFATO DE HIDROXILAMONIO"; caracterizándose por lo siguiente:

- 1ª.- Procedimiento para la obtención de sulfato de hidroxilamonio por reducción catalítica
25. de óxido nítrico con hidrógeno en ácido sulfúrico diluído, caracterizado porque se somete el ácido sulfúrico a un tratamiento previo con agentes oxidantes.

- 2ª.- Procedimiento, según la reivindicación 1ª, caracterizado porque como agente oxidante
- 30.

319839

- 6 -



se utiliza una corriente de aire. 20

3ª.-"Procedimiento para la obtención de sulfato de hidroxilamonio"; tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria y en el dibujo adjunto.

5.

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

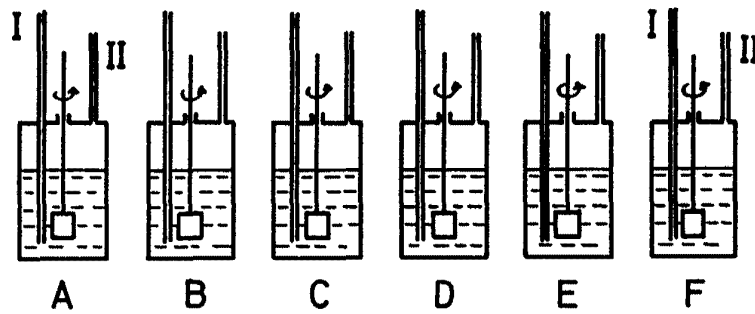
Madrid, 20 NOV. 1965

BADISCHE ANILIN- & SODA-FABRIK AG.,

SOMEZ ASESORES Y MODER
S. 2013

319839

ESCALA
VARIABLE



Madrid