

347777

PATENTE DE INVENCION

Ref: Le A 10 392-Sp.



Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento para la obtención de fluoruro amónico".

Solicitante: FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana, residente en Leverkusen-Bayerwerk, Alemania.

Ya se conoce el fabricar el fluoruro amónico por introducción de gas NH_3 en ácido fluorhídrico diluido, bajo agitación y refrigeración simultánea. Para la cristalización del fluoruro amónico se enfría en vacío la solución reaccionada con amoniaco y,

5.



a continuación, se separa el fluoruro amónico por filtración de la lejía madre.

5. Según la patente alemana 94 849 se propone además fabricar el fluoruro amónico, a temperaturas de 350°C , mediante reacción de sulfato amónico con fluoruro de calcio.

10. Se ha descubierto ahora un procedimiento para la fabricación de fluoruro amónico que se caracteriza porque el bifluoruro amónico se hace reaccionar con amoníaco en presencia de reducidas cantidades de agua.

15. Para la realización del procedimiento se hace reaccionar el bifluoruro amónico a temperaturas de $10 - 130^{\circ}\text{C}$, preferentemente de $50 - 100^{\circ}\text{C}$, y a una presión de $0,17 - 17$ atm, preferentemente $1 - 7$ atm, en presencia de $0,03 - 0,3$, preferentemente de $0,06 - 0,18$ moles de agua con amoníaco. Aquí se puede trabajar con cantidades estequiométricas de amoníaco así como también, para acelerar la reacción, con un exceso en amoníaco. Por lo general es aquí suficiente un exceso de hasta 2 moles. Cantidades superiores no son perjudiciales pero, sin embargo, menos económicas. Una reacción completa del bifluoruro amónico se logra en unas $1/3 - 4$ horas siendo por lo general suficientes tiempos de reacción de $1 - 3$ horas según las condiciones empleadas.
- 20.
- 25.

El procedimiento se puede realizar agregándole al amoníaco, antes de la reacción, una cantidad determinada de agua. Esto se puede realizar convenientemente lavando el amoníaco con agua amoniacal.

30. Otra posibilidad consiste en rociar el bifluo-



ruro amónico, antes o durante la reacción, con la cantidad de agua necesaria.

El procedimiento se combina convenientemente directamente con el procedimiento para la obtención de bifluoruro amónico haciéndose reaccionar el bifluoruro amónico sólido, preparado en la primera etapa, en un dispositivo adecuado (por ejemplo en un tambor giratorio, un sin-fin de paletas, un reactor de etapas) mediante la adición de la cantidad necesaria de agua y amoníaco al fluoruro amónico. El procedimiento según la presente invención permite, debido a su reducida necesidad de horas de jornal y energía la atención del fluoruro amónico en forma muy sencilla y económica.

Los siguientes ejemplos explican el procedimiento según la presente invención:

Ejemplo 1

1 mol de NH_4HF_2 , que contiene 0,01 mol de H_2O , se humectó ligeramente en una botella de polietileno de 250 cc, en rotación, mediante la adición, gota a gota, de unos 0,1 mol de agua. Después se introdujo amoníaco en la botella en rotación. La iniciación de la reacción se hizo notar por el calentamiento sufrido. Después de 2,5 horas contenía el producto 86,0 % de NH_4F . Seguidamente se agregaron aún, gota a gota, unos 0,016 moles de H_2O y durante otra hora se introdujo amoníaco. El producto final correspondía con un 98,7 % de NH_4F a los valores de análisis usuales en el mercado para el fluoruro amónico.

Ejemplo 2

1 mol de NH_4HF_2 se gasificó en la botella de



- polietileno en rotación durante 15 minutos con NH_3 que, antes de su entrada en la botella de polietileno, había pasado por una solución acuosa de amoníaco concentrada. La temperatura de la mezcla de reacción ascendió de 20°C hasta unos 127°C . Después de otros 10 minutos, en los cuales se cerró la alimentación de NH_3 y la temperatura había bajado a 100°C , se introdujo aun durante 5 minutos amoníaco seco. Una prueba tomada de la botella contenía 83,3 % de NH_4F . Continuando la introducción de NH_3 seco no se provocaba ninguna reacción. La nueva alimentación de NH_3 húmedo (15 minutos) y ulterior gasificación con NH_3 seco (nuevamente durante 15 minutos) condujo al producto final deseado con un 95,4 % de NH_4F , 2,1 % de NH_4HF_2 y 1,9 % de H_2O .

15. Ejemplo 3

- Un bifluoruro amónico (1 mol) con 0,082 moles de H_2O , obtenido de solución acuosa, se gasificó en el mismo aparato como en los ejemplos 1 y 2 con NH_3 . En el plazo de 2 minutos había subido la temperatura a 50°C . Después de haber estrangulado la alimentación de NH_3 ascendió la temperatura primeramente hasta 90°C , para entonces decaer. Algunos grumos, que se formaron durante la reacción, se desmenuzaron y se continuó la gasificación con NH_3 . Un ligero aumento de la temperatura indicó el comienzo de nuevo de la reacción. Después de aproximadamente 1 1/2 horas había terminado la reacción. El producto contenía 96,0 % de NH_4F , 1,9 % de NH_4HF_2 y 2,1 % de H_2O .

Ejemplo 4

30. Un autoclave con un contenido de 9,6 l se ali-



mentó con 0,33 moles de NH_4HF_2 que contenía 0,027 moles de agua y se evacuó hasta 8 Torr. Después se dejó fluir gas de amoníaco hasta compensar la presión, lo que correspondió a unos 0,4 moles de NH_3 , y se cerró el autoclave. Mediante la reacción iniciada se consumió amoníaco. El vacío que se formó se mantuvo, después de alcanzar los 200 Torr, prácticamente constante. A continuación se extrajo la mezcla de reacción y se analizó. Contenia 98,16 % de NH_4F , 1,57 % de NH_4HF_2 y 0,2 % de H_2O .

- N O T A -

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas, son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una Solicitud de Patente presentada en Alemania, con fecha 1 de diciembre de 1966, bajo el número F 50 815 IVa/12k; acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento, y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE FLUORURO AMONICO"; caracterizándose por lo siguiente:

1a.- "Procedimiento para la obtención de fluoruro amónico", caracterizado porque bifluoruro amónico, en estado sólido, se hace reaccionar con amoníaco en presencia de reducidas cantidades de agua finamente

29 NOV 1967

repartida.

5. 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el agua se emplea en cantidades de unos 0,03 - 0,3, preferentemente 0,06 - 0,18 moles, referido a 1 mol de bifluoruro amónico.

3ª.- Procedimiento según la reivindicación 1 - 2 caracterizado porque la reacción se efectúa a temperaturas de 10 - 130°C preferentemente de 50 - 100°C.

10. 4ª.- Procedimiento según la reivindicación 1 - 3 caracterizado porque el procedimiento se efectúa a una presión de 0,17 - 17 atm, preferentemente de 1 - 7 atm.

15. 5ª.- Procedimiento según la reivindicación 1 - 4 caracterizado porque el agua se alimenta al biofluoruro amónico en forma de vapor de agua junto con el amoniac.

6ª.- "Procedimiento para la obtención de fluoruro amónico", tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria,

20. Esta Memoria consta de 6 hojas escritas a máquina por una sola cara.

[Handwritten signature]

29 NOV 1967

Madrid

FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

A. GOMEZ MENDO Y MODEI
p. p. Firmador: F. Hernández Ruiz