

353354

PATENTE DE INVENCION

O.Z. 400. "Austreiburg".



*Memoria Descriptiva*

*sobre:*

"PROCEDIMIENTO PARA LA ELABORACION DE UNA SOLUCION  
DE ACIDO NITRICO Y CLORURO DE NITROSILO"

*Solicitante:* OSTERREICHISCHE STICKSTOFFWERKE AKTIENGESELLSCHAFT,  
entidad austriaca, residente en St. Peter 224, Linz,  
Austria.

En la reacción de soluciones de cloruro ácido  
con tetróxido de nitrógeno o ácido nítrico, se obtienen  
conjuntamente soluciones de nitrato o bien de ácido ní-  
trico y cloruro de nitrosilo, manteniéndose en la mez-  
5. ola de reacción resultante una cierta cantidad de clo-

- ruro de nitrosilo disuelto. Mientras que el ión nitrito, que se forma por hidrólisis del cloruro de nitrosilo, solo produce dificultades en la obtención de abonos mixtos, ya que en la neutralización con amoníaco se forma nitrito amónico y éste, en la ulterior desecación, se descompone en nitrógeno y agua y de esta manera origina una considerable pérdida de nitrógeno, el contenido en iones cloro en cualquier ulterior empleo del ácido nítrico o de la solución de nitrato trae consigo, por razones de corrosión, unas dificultades mucho mayores. Como contra las soluciones de ácido nítrico y cloruro de nitrosilo solo el titanio muestra una estabilidad satisfactoria, el precio de este material y los costes de fabricación son sin embargo muy elevados, no se tiene otra solución que eliminar totalmente los iones cloro de las soluciones de nitrato o del ácido nítrico.
- 5.
- 10.
- 15.

- Se ha demostrado que extrayendo por soplado el cloruro de nitrosilo gaseoso de la solución mediante un gas inerte, se puede retirar practicamente en su totalidad el contenido en iones nitrito, pero que de esta manera el ion cloro no se puede retirar totalmente de la solución. No importa en que forma se realice el soplado, un contenido residual de hasta 0,4 % en iones cloro se mantiene en la solución y que no se puede eliminar por mucho que dure el soplado.
- 20.
- 25.

- Sorprendentemente se ha descubierto ahora que el contenido residual en iones cloro se puede eliminar si, después de retirar la cantidad principal de cloruro de nitrosilo, se agrega una pequeña cantidad
- 30.



de tetróxido de nitrógeno.

- El objeto de la presente invención es, por lo tanto, un procedimiento para la elaboración de una solución de ácido nítrico y cloruro de nitrosilo, que contiene, en caso dado, materiales sólidos, para obtener ácido nítrico libre de iones cloro, mediante extracción por soplado del cloruro de nitrosilo con un gas inerte, que se caracteriza porque, después de retirar la cantidad principal del cloruro de nitrosilo por el proceso de extracción por soplado, se agrega tetróxido de nitrógeno en una cantidad que, con respecto al contenido de iones cloro residual, represente un exceso, después de lo cual se termina el proceso de soplado.
- El procedimiento según la presente invención se efectúa agregándole a la solución, después de retirar la cantidad principal de cloruro de nitrosilo, una cierta cantidad de tetróxido de nitrógeno que asciende a 0,4 - 0,7 veces la cantidad de cloruro de nitrosilo contenido en el ácido nítrico empleado como producto de partida. De esta manera se logra reducir el contenido en iones cloro hasta un 0,05 %.
- La extracción por soplado del cloruro de nitrosilo contenido en el ácido nítrico, se efectúa en contracorriente y se puede realizar en el sistema de aparatos usual para tales operaciones, por ejemplo, en una columna de fondo. Se procede introduciendo en la cabeza de una columna el producto de partida, por el extremo inferior la corriente de gas inerte y aproximadamente en el centro de la columna de extracción,
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

30 ABR.



por soplado, el tetraóxido de nitrógeno.

5. Se favorece la extracción por soplado si se efectua bajo aumento simultáneo de la temperatura, convenientemente se efectua la extracción por soplado a temperaturas entre 20 y 50<sup>o</sup>C. Igual de favorable demuestra ser el trabajar a una presión de 0,1 - 1 atm. abs. Como gas inerte se puede emplear oxígeno, aire ó nitrógeno.

10. Si el cloruro de nitrosilo extraído por soplado se ha de elaborar a continuación por oxidación, entonces se extrae por soplado convenientemente con la cantidad de oxígeno o aire necesario para la oxidación del cloruro de nitrosilo y la mezcla gaseosa conteniendo cloruro de nitrosilo, expulsada de esta manera, se alimenta directamente a la oxidación.
- 15.

Los ejemplos siguientes explican con más detalle el objeto de la presente invención:

EJEMPLO 1

20. En un recipiente de reacción se extraen por soplado con nitrógeno 256 partes en peso de ácido nítrico al 45 % que contiene 3,05 % en peso de iones cloro y 2,58 % en peso de iones nitrosilo, correspondientes a 5,63 % en peso de NOCl, a una temperatura de 25<sup>o</sup>C y una presión de 1 atm. abs.

25. Después de introducir 25 partes en peso de nitrógeno, la solución contiene 0,29 % de iones cloro. Ahora se agregan 3,9 partes en peso de N<sub>2</sub> O<sub>4</sub> líquido y se conducen, a través, otras 25 partes en peso de nitrógeno. Terminado el proceso de extracción por soplado, la solución contiene 0,0 % de iones nitrosilo
- 30.



y solo 0,05 % de iones cloro.

EJEMPLO 2

5. De una maceración, compuesta de 13,8 kg de  $\text{KNO}_3$ , 26,9 kg de  $\text{HNO}_3$  (saturada con  $\text{KNO}_3$  a  $35^\circ\text{C}$ ) y 0,84 kg de  $\text{NOCl}$  disuelto, se alimentan 41,54 kg/h en la cabeza de una columna de fondo con 8 platos perforados de cada vez 500 mm de altura y 100 mm de diámetro.

10. En el fondo de la columna de soplado se alimentan simultaneamente 1000 l/h de oxígeno y a una temperatura de  $35^\circ\text{C}$  y una presión de 1 atm.abs. se extrae de la maceración el  $\text{NOCl}$ .

15. En el 4º plato de la columna se goten, a través de una tubuladura dispuesta lateralmente, 0,35 l/h de  $\text{N}_2\text{O}_4$  líquido. Por la cabeza de la columna salen 0,82 kg/h de  $\text{NOCl}$ , 1,43 kg/h de  $\text{O}_2$  y 0,52 kg/h de  $\text{N}_2\text{O}_4$ . De la cola de la columna de extracción por soplado se extrae una mezcla de 13,8 kg/h de  $\text{KNO}_3$ , 26,9 kg/h de  $\text{HNO}_3$  pero que ya no contiene ningún  $\text{NO}^+$  y solamente 0,05 % de  $\text{Cl}^-$ . Para la obtención de la

20. maceración empleada se hacen reaccionar 15 kg/h de  $\text{KCl}$  y 15 l/h de  $\text{HNO}_3$  al 60 % en una cascada de reacción compuesta de tres recipientes de 10 l de capacidad con  $\text{N}_2\text{O}_4$  líquido de manera que en el primer recipiente se agregan 10 l/h de  $\text{N}_2\text{O}_4$ , en el segundo recipiente 2,5 l/h de  $\text{N}_2\text{O}_4$ . En el primero y segundo recipiente asciende la temperatura a  $+10^\circ\text{C}$ , en el tercero se aumenta la temperatura a  $+35^\circ\text{C}$ .

EJEMPLO 3

30. 0,57 kg/h de una mezcla, compuesta de 7,80 % de  $\text{NOCl}$ , 0,37 % de  $\text{NO}_2$ , así como 36,5 % de  $\text{HNO}_3$  y 55,33 % de



H<sub>2</sub> O, se alimentan en la cabeza de una columna de cristal con 10 perforados de cada vez 40 mm de altura y 55 mm diámetro, a una temperatura de 20°C y una presión de 1 atm. abs. y se extrae soplando con 500 l/h de nitrógeno. Debajo del 6º plato de la columna se alimentan 0,015 l/h de N<sub>2</sub> O<sub>4</sub> líquido. Por la cabeza de la columna sale una mezcla gaseosa que contiene 0,0445 kg/h de NOCl, 0,625 kg/h de N<sub>2</sub> y 0,0245 kg/h de N<sub>2</sub> O<sub>4</sub>. Por cola de la columna de extracción por soplado se extraen 0,524 kg/h de una mezcla libre de cloro compuesto de 40,0 % de HNO<sub>3</sub> y 60,0 % de H<sub>2</sub> O. La mezcla a emplear se obtiene en un recipiente de agitación que está provisto de un agitador, un termómetro, un dispositivo de alimentación y una tubería de evacuación de gas, preparándose 300 partes en peso de HCl al 21 % y dejando gotear a 10°C 130 partes en volumen de N<sub>2</sub> O<sub>4</sub> líquido.

+ 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 Austria, con fecha 15 de Junio de 1967, bajo el número A 5556/67, 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 In-



vención, por 20 años en España: "PROCEDIMIENTOS PARA LA ELABORACION DE UNA SOLUCION DE ACIDO NITRICO Y CLORURO DE NITROSILO"; caracterizándose por lo siguiente:

5. 1ª.-Procedimiento para la elaboración de una solución de ácido nítrico y cloruro de nitrosilo, que contiene, en caso dado, materiales sólidos, para obtener ácido nítrico libre de iones cloro mediante extracción por soplado con un gas inerte del cloruro de nitrosilo,
10. caracterizado porque, después de retirar la cantidad principal del cloruro de nitrosilo por el proceso de extracción por soplado, se agrega tetróxido de nitrógeno en una cantidad que, con respecto al contenido en iones cloro residual, representa un exceso, y a continuación se completa el proceso de soplado.
15. 2ª.-Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la cantidad de tetróxido de nitrógeno asciende a 0,4 - 0,7 veces la cantidad de cloruro de nitrosilo contenido en el ácido nítrico
20. empleado como producto de partida.
25. 3ª.-Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque la extracción por soplado se efectúa en una columna introduciendo por la cabeza la solución de ácido nítrico y cloruro de nitrosilo, por la cola la corriente de gas inerte y el tetróxido de nitrógeno en el centro de la columna aproximadamente.
30. 4ª.-Procedimiento según las reivindicaciones 1 - 3, caracterizado porque como gas inerte se



30 ABR. 1968

emplea oxígeno, nitrógeno o aire.

5ª.-Procedimiento según las reivindicaciones 1-4, caracterizado porque la extracción por soplado se efectúa a temperaturas entre 20 y 50° C.

6ª.-Procedimiento según las reivindicaciones 1 - 5, caracterizado, porque la extracción por soplado se efectúa a una presión de 0,1 - 1 atm. absolutas.

7ª.-"Procedimientos para la elaboración de una solución de ácido nítrico y cloruro de nitrosilo"; tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria.

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

Madrid,

30 ABR. 1968

OSTERREICHISCHE STICKSTOFFWERKE,  
AKTIENGESELLSCHAFT

GOMEZ ACEBO Y MODEY  
p. p. Firmado: F. Hernández Rula