

370396

SECCION: TECNICA
ALAPACACION: C
Clase: C01/A01
SUBCLASE: C/C

P.- 42.340

Dr. Eb/hu

OZ 359 c

20 AGO 1969

Memoria descriptiva



para solicitar PATENTE DE INVENCION

por 20 años

a nombre de INVENTA A.G. FUR FORSCHUNG UND PATENTVERWERTUNG

entidad / ~~de nacionalidad~~ suiza

con domicilio en Stampfenbachstrasse 38, Zurich, Suiza

por: "PROCEDIMIENTO PARA LA ELIMINACION DE NITRATO DE AMONIO DESDE UNA MEZCLA DE AGUA Y SULFATO DE AMONIO QUE CONTIENE NITRATO DE AMONIO" (Clase Internacional C01c)



El presente invento se refiere a un procedimiento para la eliminación de nitrato de amonio desde una mezcla de agua y sulfato de amonio que contiene nitrato de amonio.

5 En la síntesis de épsilon-caprolactama resultan, durante la neutralización de la solución en ácido sulfúrico con hidróxido de amonio, grandes cantidades de soluciones de sulfato de amonio. A partir de estas soluciones -- se obtiene, por evaporación del agua, sulfato de amonio cristalino el cual puede ser utilizado en calidad de fertilizante.

10 Como en el transcurso de la síntesis de épsilon-caprolactama también resultan iones nitrato, junto con el sulfato de amonio se forma también un cierto porcentaje de nitrato de amonio. El contenido de nitrato de amonio está ligado con desventajas, ya que esta sal, según es conocido, es muy higroscópica. Por lo tanto, durante el almacenamiento existe el peligro de que el sulfato de amonio que contiene nitrato de amonio se aglomere y forme pellas, lo cual conduce a dificultades en el ensacado y puede perjudicar la aptitud del producto para ser esparcido.

20 Además, las soluciones acuosas que contienen nitrato de amonio pueden descomponerse de modo explosivo, ya que la solución es concentrada en el sistema de concentración por evaporación y con ello el nivel de nitrato de amonio alcanza, o incluso sobrepasa, el límite crítico, es decir el límite de peligro de explosión. Esto es tanto más peligroso cuanto que la solución contiene la mayor parte de las veces también una cantidad variable de otras impurezas, sobre todo de productos intermedios de la sín

30 21.8.69.



tesis de épsilon-caprolactama, tales como ciclohexanona u
oxima de ciclohexanona, que disminuyen en medida imprevisi
ble los puntos de fusión y de descomposición del nitrato
de amonio. Para evitar estos inconvenientes, se ha elimina
do hasta ahora desde el sistema de concentración por eva
poración una cierta cantidad de aguas madres de sulfato
de amonio, lo cual ha traído consigo, sin embargo, una con
siderable pérdida de sulfato de amonio.

Otro procedimiento (memoria de patente japonesa
número 9322 (1955), CA 51, nº 22, página 18.505 (1957)),
describe la oxidación de los subproductos presentes en la
solución de sulfato de amonio por ejemplo mediante perclo
ratos. Este procedimiento es, sin embargo, complicado por
lo cual no ha alcanzado ninguna importancia técnica.

Se ha encontrado ahora que se puede eliminar ni
trato de amonio desde una mezcla de agua y sulfato de amo
nio que contiene nitrato de amonio, repartiendo esta mez
cla en capas delgadas y calentando estas últimas a tempera
turas elevadas.

En calidad de mezclas de agua y sulfato de amo
nio son apropiadas tanto soluciones acuosas de sulfato de
amonio como también masas cristalinas acuosas de sulfato
de amonio.

De modo ventajoso, se utiliza una masa crista
lina de agua y sulfato de amonio, ya que en este caso el
procedimiento de acuerdo con el invento transcurre de mo
do más rentable que en el caso de la utilización de solu
ciones acuosas.

El contenido de cuerpos sólidos de la masa crig
talina se escoge preferiblemente de tal manera que esta

21.8.69.



última es todavía precisamente susceptible de fluir.

El tratamiento en capa delgada de las mezclas que contienen nitrato de amonio se realiza de modo conveniente en dispositivos apropiados para ello, tales como por ejemplo sobre cintas calentadas, rodillos calentados (cuando las mezclas sean soluciones) o en aparatos de capa delgada. En este caso, se prefieren cintas calentadas, ya que su fabricación y mantenimiento son relativamente sencillas. La temperatura de estos dispositivos de capa delgada debe ascender ventajosamente a al menos 110°C ; la temperatura de trabajo óptima se encuentra entre aproximadamente 160 y 220°C . Después de la evaporación del agua, que tiene lugar a estas temperaturas, se obtiene sulfato de amonio en forma de polvo o de escamas; esta sal está en la práctica totalmente libre de nitrato de amonio.

Se puede utilizar el sulfato de amonio exento de nitrato de amonio directamente en calidad de fertilizante (en forma de polvo o de escamas) o se le puede conducir junto con las lejías de nueva aportación de sulfato de amonio al sistema de evaporación y cristalizarlo de nuevo.

Los siguientes ejemplos explican el invento. En ellos, los porcentajes se entienden como porcentajes ponderales.

Ejemplo 1. 75 litros de una solución de sulfato de amonio acuosa caliente a una temperatura de 80°C , que contiene 47,0% de sulfato de amonio, 5,0% de nitrato de amonio, 0,5% de sustancias orgánicas y 47,5% de agua, son pulverizados sobre una cinta secadora calentada a 160°C con una longitud de 15 m y una anchura de 0,60 m.

21.8.69



De esta manera se descompone el nitrato de amonio y se evapora el agua. Se obtiene un producto parduzco en forma de polvo, que consta de 99,4% de sulfato de amonio. El resto consiste en agua (0,1%) y productos de descomposición de impurezas orgánicas (0,5%). Este producto, a diferencia del material que contiene nitrato de amonio conocido hasta ahora, es por así decir susceptible de ser almacenado ilimitadamente, y puede ser utilizado en calidad de fertilizante sin purificación intermedia.

10 Ejemplo 2. (vease hoja 1 de los dibujos)

Una solución de sulfato de amonio al 43% caliente a una temperatura de 80°C, que también contiene nitrato de amonio, procedente del sistema de concentración por evaporación es introducida a través de la conducción 1 en el recipiente 2. Mediante un rodillo de pulverización 3, la solución de sulfato de amonio es pulverizada de modo uniforme sobre la cinta secadora 4. La cinta secadora es mantenida a 180°C mediante el dispositivo de caldeo 5. La velocidad de movimiento de la cinta es 0,01 m/segundo. El agua evaporada sobre la cinta y los gases de descomposición son recogidos mediante una cubierta 6, y son succiados por el ventilador 9 a través de la conducción 8 y a través del condensador 10. En el condensador 10, los vapores son condensados con el agua bruta que penetra a través de la conducción 12. Los gases inertes se desprenden por el ventilador 9 hacia la atmósfera. En el extremo de la cinta secadora móvil, el sulfato de amonio ahora exento de nitrato de amonio y seco, es desprendido de la cinta secadora 4 mediante un dispositivo separador 7 y es recogido en un embudo 11.

21.8.69



Ejemplo 3: (vease hoja 2 de los dibujos)

Una solución de sulfato de amonio al 43% caliente a una temperatura de 80°C, que también contiene nitrato de amonio, es introducida a través de la conducción 1 en el concentrador de vacío 2 (2a simboliza en este caso el sistema de vacío). Aquí, la solución es concentrada por evaporación hasta 35% de su volumen original, resultando una masa cristalina. Mediante un dispositivo dosificador, que consta de un sistema transportador de tornillo sin fin 3 y de un rastrillo distribuidor 3a, la masa cristalina de sulfato de amonio es distribuida de modo uniforme sobre la cinta secadora 4. La cinta secadora es mantenida a 180°C mediante el dispositivo de caldeo 5. La velocidad de movimiento de la cinta es de 0,8 m/minuto. El tratamiento posterior se realiza tal como se indica en el ejemplo 2, párrafo 2.

La presente solicitud, que corresponde a la presentada en Suiza, el 22 de Agosto de 1.968, bajo el Nº 12598/68 y 1 de Julio de 1.969, Nº se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

20

REIVINDICACIONES

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:

25

1.- Procedimiento para la eliminación de ni--

25 A



trato de amonio desde una mezcla de agua y sulfato de amonio que contiene nitrato de amonio, caracterizado por que esta mezcla es distribuída en capas delgadas y estas últimas son calentadas a temperaturas elevadas.

5 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque en calidad de mezcla de agua y sulfato de amonio que contiene nitrato de amonio se utiliza una solución acuosa de sulfato de amonio que contiene nitrato de amonio.

10 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque en calidad de mezcla de agua y sulfato de amonio que contiene nitrato de amonio se utiliza una masa cristalina acuosa de sulfato de amonio que contiene nitrato de amonio.

15 4.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque se calientan las capas delgadas hasta al menos 110°C.

20 5.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque se calientan las capas delgadas hasta aproximadamente 160 a 220°C.

6.- Procedimiento para la eliminación de nitrato de amonio desde una mezcla de agua y sulfato de amonio que contiene nitrato de amonio.

25 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan

21.8.69



y con los fines que se han especificado.

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

Madrid, 20. 8. 1969

P.A.

21.8.69
MSG

HOJA 1-2

15 SEP 1981

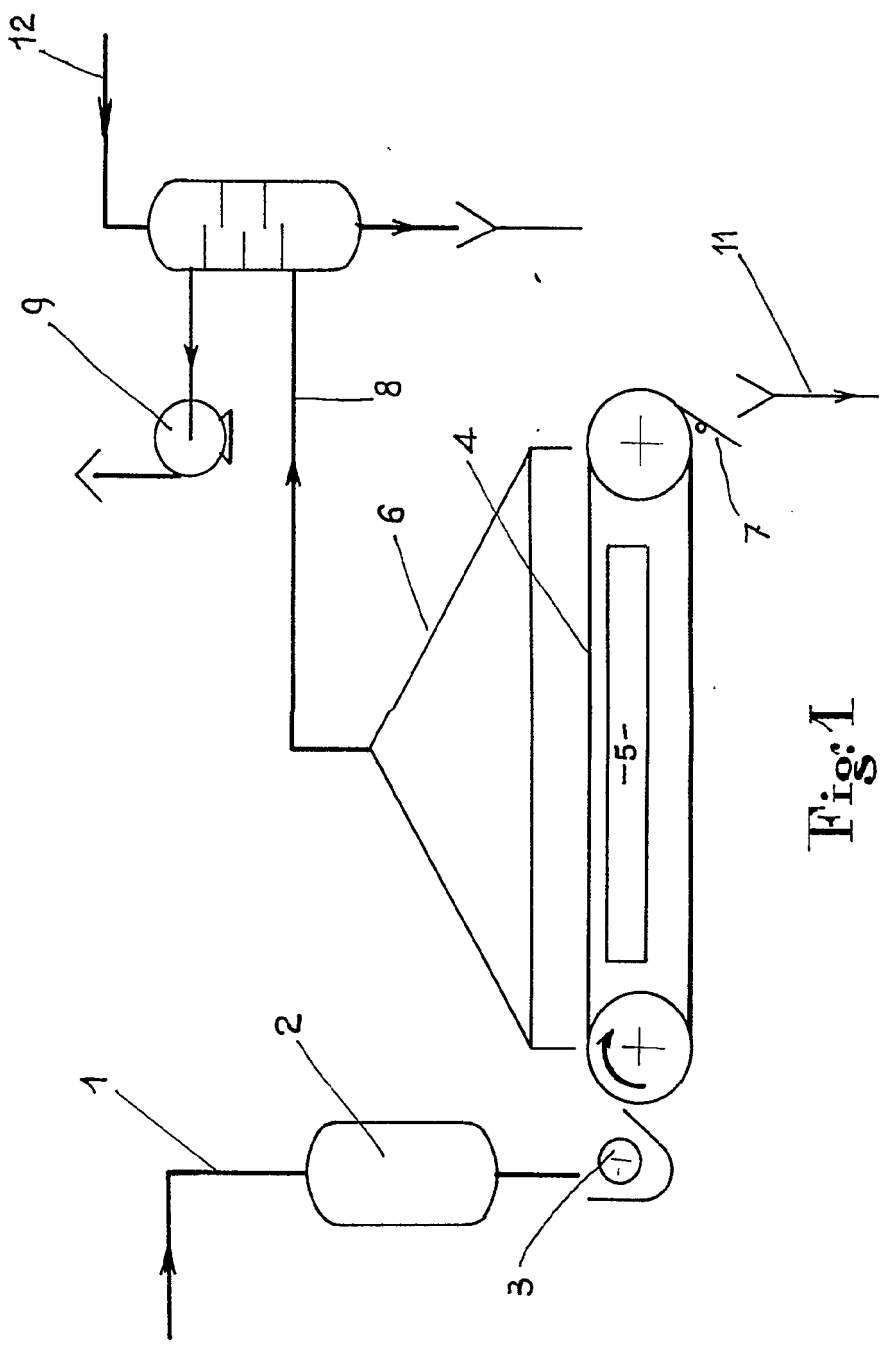


Fig:1

ESCALA VARIABLE

Escalera Variable

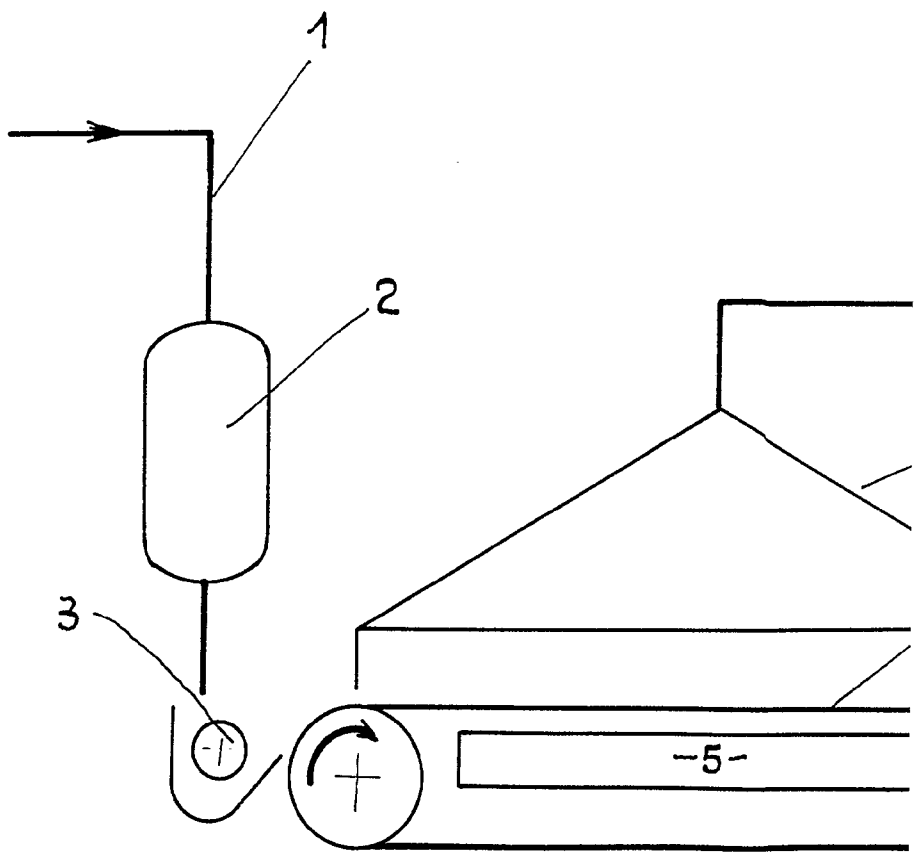
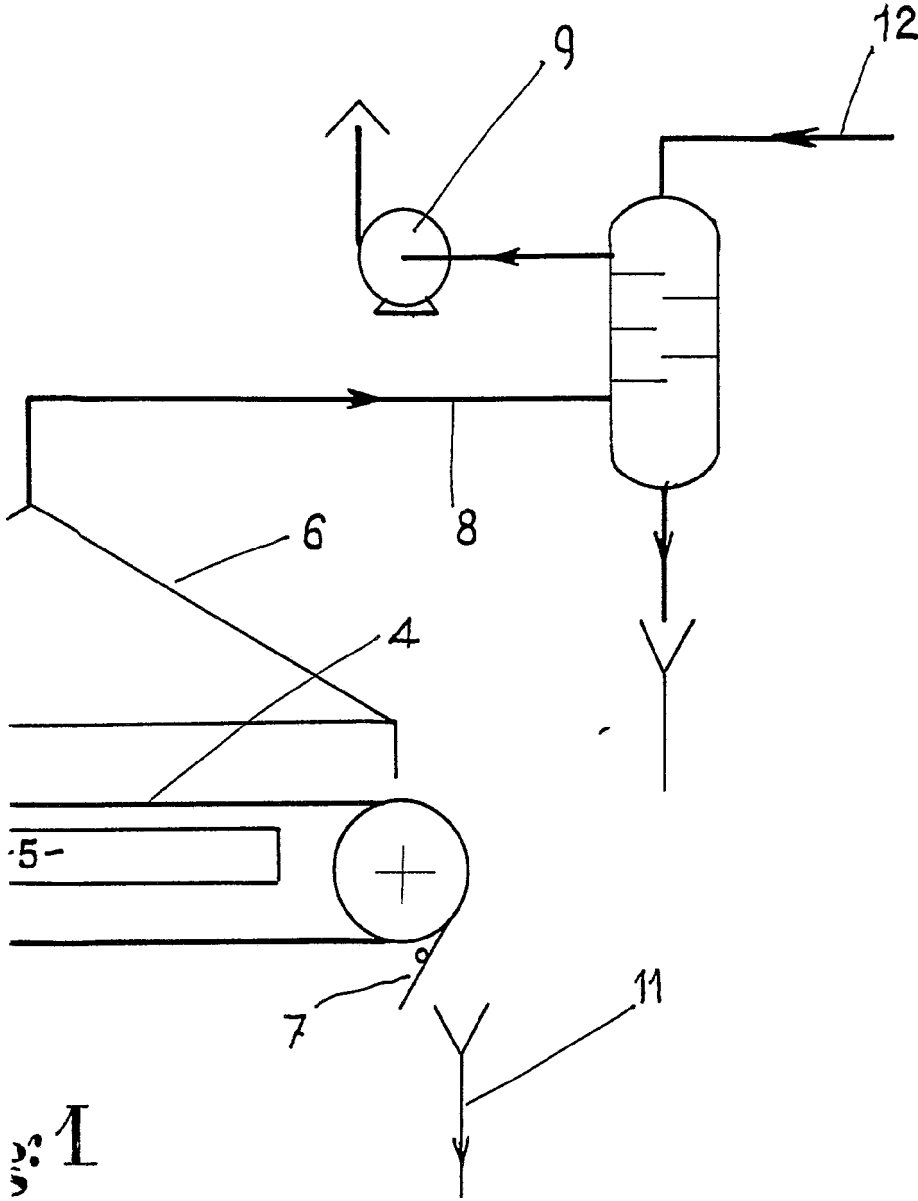


Fig: 1

ESCALA VARIABLE

15 SEP 1961
10 05 015
ESTADO UNIDO
DE AMERICA
MILITARES



1

[Handwritten signature]

15 SEP 1964

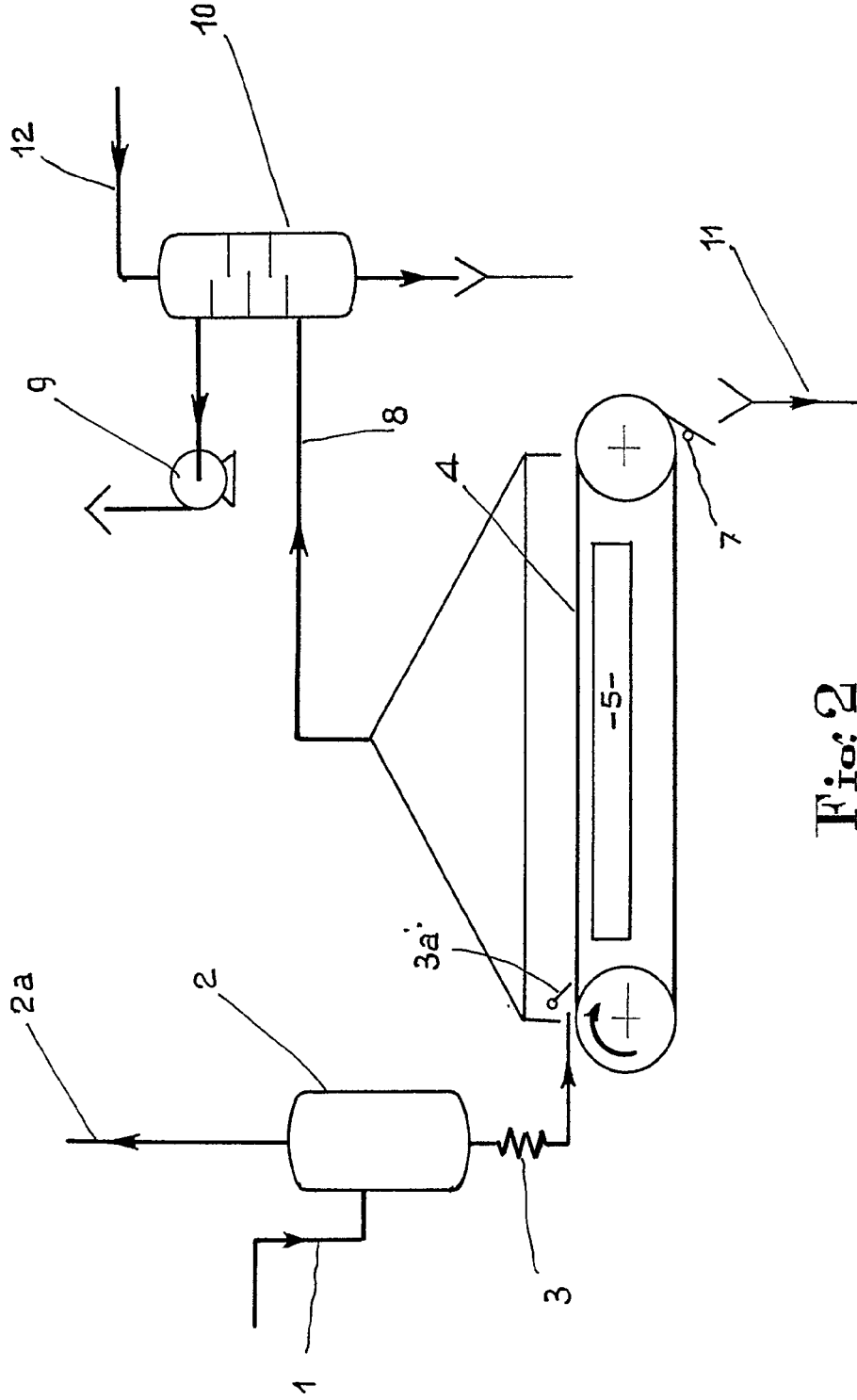


Fig: 2

[Handwritten signature]

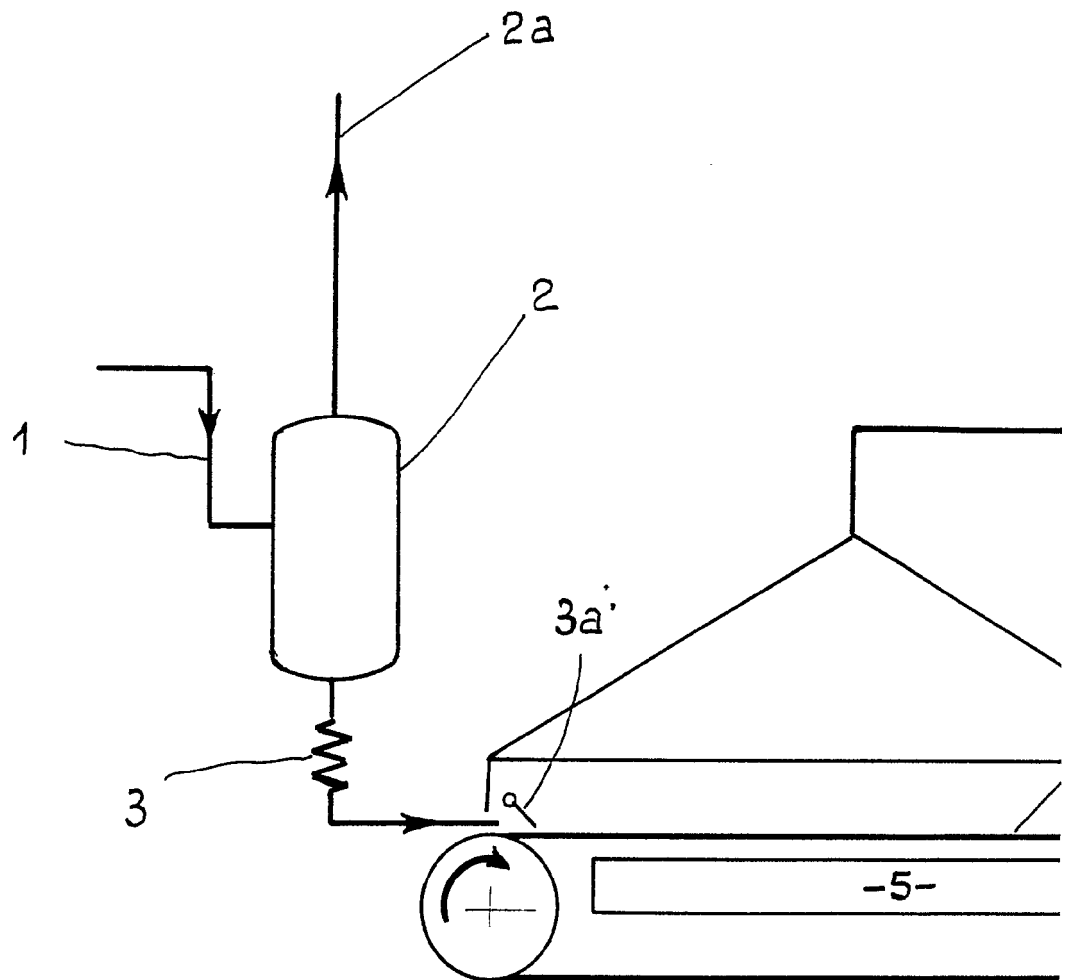


Fig: 2

ESCALA VARIABLE

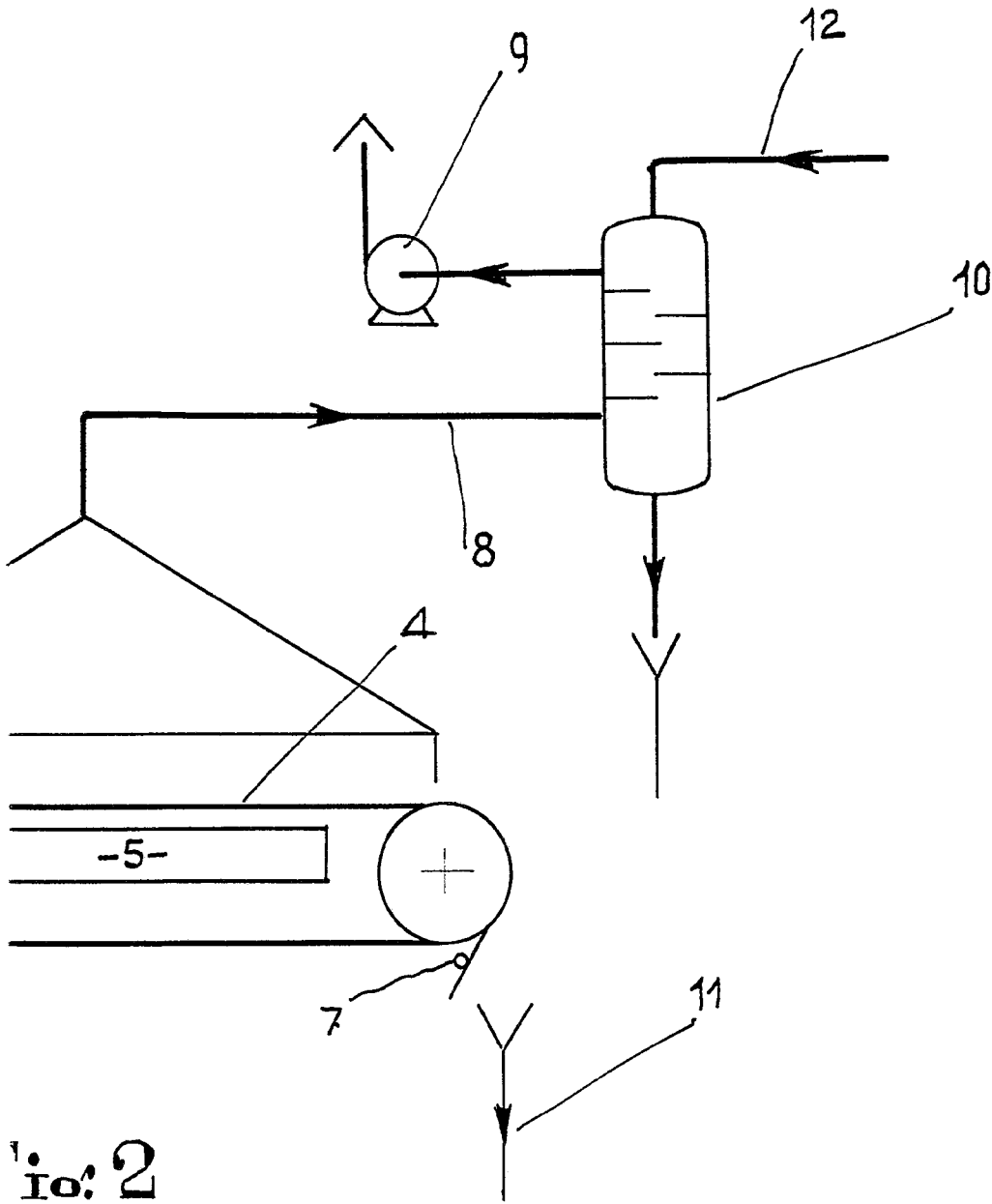


Fig. 2