I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Dr. W. / F. 1281

Krefeld-Uerdingen, den 24. März 1942

Akt. Z. 7. 71. 923 IV 4/121

B.A.G Target

Einiger. 26. 3. 42

3414 30/4.17

Verfahren zur Herstellung von hydroxylamindisulfosaurem Alkali.

Die Herstellung von hydroxylamindisulfosaurem Natrium durch Umsetzung von Natriumnitrit mit Natriumbisulfit ist bekannt. Bei diesem Verfahren wird zur Erzielung einer möglichst vollkommenen Ausnutzung des Natriumnitrits gegen Ende der Umsetzung Schwefeldioxyd in das Reaktionsgemisch eingeleitet. Während der Einleitung des Schwefeldioxyds fällt der pH-Wert der Reaktionslösung allmählich ab, bis bei einem pH unterhalb von etwa 2,5 die Umsetzung beendet ist.

Führt man einer Reaktionslösung der vorerwähnten Azidität während der Einleitung des Schwefeldioxyds neues Alkalibisulfit und -nitrit zu, so werden aus dem letzteren Nitrosegase freigemacht. Damit wird ein Teil des Nitrits der Bildung von hydroxylamindisulfosaurem Alkali entzogen. Überdies greifen die Nitrosegase auch störend in den Reaktionsverlauf unter Bildung von unerwünschten Schwefelstickstoffsäuren ein. Infolgedessen führt die kontinuierliche Herstellung der genannten Salze durch kontinuierliche Zuführung von Alkalinitrit und Alkalibisulfit unter Einleiten von Schwefeldioxyd in eine Reaktionslösung des erwähnten End-pH-Wertes im Vergleich zu dem diskontinuierlichen Verfahren zu einer starken Erniedrigung der Ausbeute.

Es wurde nun gefunden, dass die kontinuierliche Herstellung von hydroxylamindisulfosaurem Alkali durch Umsetzen von Alkalibisulfit mit Alkalinitrit unter Einleiten von Schwefeldioxyd in glatter Weise gelingt, wenn man eine Lösung dieser Salze zunächst kontinuierlich einem Reaktionsraum zuführt, in dem die Lösung durch Einwirkung von Schwefeldioxyd auf einen pH-Wert von etwa 4-6 gebracht wird und zur Erzielung einer möglichst vollkommenen Umsetzung des Alkalinitrits diese Lösung dann kontinuierlich in einen zweiten Reaktionsraum leitet, in dem durch Einleiten von Schwefeldioxyd ein pH-Wert unterhalb von etwa 2,5 aufrechterhalten wird. Bei dem in der ersten Verfahrensstufe erreichten pH-Wert von etwa 4-6 wird praktisch das gesamte Alkalinitrit bereits zu solchen bei der Reduktion zu hydroxylamindisulfosaurem Alkali auftretenden Zwischenstufen reduziert, die bei dem

pH-Wert von etwa 2,5 ^{zweiten} der Verfahrensstufe keine Nitrosegase mehr zu bilden vermögen. Es gelingt daher nach dieser Erfindung, die Entstehung von Nitrosegasen praktisch vollkommen zu verhindern und das Alkalinitrit mit fast quantitativer Ausbeute auf kontinuierlichem Wege in hydroxylamindisulfosaures Alkali überzuführen.

Patentanspruch.

Verfahren zur Herstellung von hydroxylamindisulfosaurem Alkali aus Alkalinitrit, Alkalibisulfit und schwefeliger Säure, dadurch gekennzeichnet, dass man zunächst eine Lösung von Alkalinitrit und Alkalibisulfit kontinuierlich einem Reaktionsraum zuführt, in dem die Lösung durch Einleiten von Schwefeldioxyd auf einen pH-Wert von etwa 4-6 eingestellt wird und dann die so erhaltene Reaktionslösung kontinuierlich einem zweiten Reaktionsraum zuführt, in dem durch weiteres Einleiten von Schwefeldioxyd die Umsetzung bei einem pH-Wert unterhalb von etwa 2,5 zu Ende geführt wird.