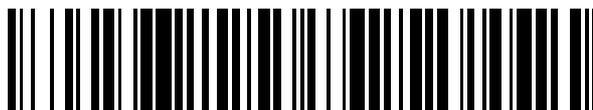


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 758 364**

51 Int. Cl.:

**C05C 1/00** (2006.01)

**C01C 1/246** (2006.01)

**C05C 3/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **02.11.2011 PCT/US2011/058894**

87 Fecha y número de publicación internacional: **10.05.2012 WO12061460**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **02.11.2011 E 11838722 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **28.08.2019 EP 2635528**

54 Título: **Procedimiento para preparar sulfato-nitrato de amonio**

30 Prioridad:

**01.11.2011 US 201113286440**  
**02.11.2010 US 409333 P**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**05.05.2020**

73 Titular/es:

**ADVANSIX RESINS & CHEMICALS LLC (100.0%)**  
**300 Kimball Drive, Suite 101**  
**Parsippany, NJ 07054, US**

72 Inventor/es:

**KWEEDER, JAMES A. y**  
**WISSINGER, RAYMOND G.**

74 Agente/Representante:

**ISERN JARA, Jorge**

ES 2 758 364 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Procedimiento para preparar sulfato-nitrato de amonio

## 5 Campo de la invención

La presente tecnología se refiere a la preparación de compuestos de sulfato-nitrato de amonio (SNA) útiles como fertilizantes.

## 10 Descripción de la técnica relacionada

El sulfato-nitrato de amonio (SNA), uno de los primeros fertilizantes sintéticos, ha estado en uso continuo por cerca de 100 años suministrando los nutrientes primarios y secundarios importantes, nitrógeno y azufre. El nitrógeno se suministra en parte a través del ion nitrato, deseable porque se adsorbe fácilmente por muchas plantas y fomenta un crecimiento temprano. Tal como se ha usado históricamente, el término "sulfato-nitrato de amonio" no se ha referido a un compuesto químico específico con elementos en proporciones fijadas. Más bien, se ha usado para describir diversas mezclas de nitrato de amonio y sulfato de amonio la Association of American Plant Food Officials (AAPFCO), la cual ha asumido el papel de monitorear y definir fertilizantes, ha intentado poner en orden la nomenclatura. La AAPFCO ha definido SNA como una sal doble de sulfato de amonio y de nitrato de amonio en proporciones molares iguales que tienen un contenido de nitrógeno no inferior a 26 %. Una mezcla molar igual de sulfato de amonio y nitrato de amonio tiene un contenido de nitrógeno de 26.4 %.

A pesar de la definición de AAPFCO, el nombre de sulfato-nitrato de amonio ha sido usado para designar muchas combinaciones de sulfato de amonio y de nitrato de amonio. Véase, por ejemplo, R. S. Meline, J. Agric. Food Chem., 16(2), 235-240 (1968), donde un producto tiene un contenido de nitrógeno de 30%. La patente estadounidense No. 2,795,495 concedida a Steinle et al. describe sulfato-nitrato de amonio que tiene una proporción molar de sulfato de amonio/nitrato de amonio de 1:2, no de 1:1. La patente de Gran Bretaña No. 798,690 enuncia que la proporción de sulfato de amonio no es crítica y puede usarse en cualquier proporción necesaria para obtener el nivel de nitrógeno deseado. El uso de tal terminología ha conducido a confusión entre sales dobles puras y mezclas. Adicionalmente, el orden de las palabras sulfato y nitrato se intercambian a veces en la bibliografía.

Una sal doble es un compuesto diferente. Las sales dobles que consisten en  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 2(\text{NH}_4\text{NO}_3)$  y  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 3(\text{NH}_4\text{NO}_3)$  (en lo sucesivo la sal doble 1:2 y la sal doble 1:3, respectivamente) han sido aisladas y confirmadas. El producto de 1:3 ya fue aislado a partir de una solución acuosa y reportado en 1909 (Reicher et al., Chemish Weekblad., 3 (ener.), 51-56 (1909)). Scheinemakers et al. reportaron en 1910 en la misma publicación (Volumen 6, 1910, páginas 51-56) el aislamiento de una sal doble de 1:2, como también de la sal doble de 1:3 de las soluciones acuosas. La existencia de sales dobles de 1:2 y 1:3 ha sido confirmada por Nikonova (loc. cit.); Itoh, Kagaku Zasshi, 63(11), 1913-1916 (1960); Emons et al., Wissenschaftliche. Zeitschrift Techn. Hocksch. Chem. Leuna-Merseburg, 14(3), 295-299 (1972); y por Smith et al., J. Agr. Food Chem., 10, 77-78 (1962), entre otros.

Los procedimientos de fabricación reportados para sulfato-nitrato de amonio describen la preparación de gránulos uniformes de fertilizante. La mayoría de los productos son simplemente mezclas de sulfato de amonio y nitrato de amonio antes que estructuras cristalinas específicas, ya que las composiciones químicas reportadas no reflejan un compuesto específico. Una excepción es la patente estadounidense no. 2,762,699, que reivindica un procedimiento para la fabricación de la sal doble de 1:2 haciendo reaccionar ácidos nítrico y sulfúrico con amoníaco en un procedimiento de neutralización de dos etapas. En la primera etapa se neutraliza ácido nítrico con amoníaco para formar una solución concentrada de nitrato de amonio. En la segunda etapa, se hace reaccionar la solución de nitrato de amonio con ácido sulfúrico y amoníaco adicional, por lo cual se forma una solución de nitrato de amonio y sulfato de amonio. Luego se recupera el producto de SNA retirando agua de la mezcla de reacción. Al mismo tiempo que es efectivo, este procedimiento es inherentemente más complejo y costoso que uno que emplean neutralización de una sola etapa.

Otro procedimiento conocido para producir SNA se basa en la adición de sulfato de amonio sólido y agua a nitrato de amonio fundido, tal como se describe en la patente estadounidense No. 6,689,181 concedida a Highsmith et al., la cual describe (a) cargar materiales que comprenden partículas de sulfato de amonio, nitrato de amonio y agua a un dispositivo de fusión, en donde la proporción molar de sulfato de amonio a nitrato de amonio es de alrededor de 0.9:1 a alrededor de 1.1:1 y el agua es de más de 2% en peso a aproximadamente 10% en peso de los materiales cargados; (b) fundir el nitrato de amonio y disolver al menos una porción de las partículas de sulfato de amonio a una temperatura de aproximadamente 180° C a aproximadamente 210° C; (c) hacer reaccionar los materiales cargados a una temperatura de aproximadamente 180 °C hasta aproximadamente 210 °C; y (d) solidificar el producto a una tasa de enfriamiento de al menos aproximadamente 100 °C/min. Un procedimiento así tiende a requerir agitación vigorosa para dispersar apropiadamente las partículas de sulfato de amonio en el nitrato de amonio fundido y control cuidadoso de temperatura para impedir una posible explosión del nitrato de amonio. El mezclado vigoroso podría crear burbujas de gas en el nitrato de amonio fundido, lo cual incrementa potencialmente el riesgo de explosión.

## 65 Resumen de la invención

La presente tecnología se refiere a procedimientos para producir sales dobles de sulfato-nitrato de amonio que facilitan un mezclado íntimo de nitrato de amonio y de sulfato de amonio sin la complejidad y el alto costo de una neutralización de dos etapas, o los riesgos potenciales de operar nitrato de amonio fundido.

En algunas formas de realización, la presente tecnología se refiere un procedimiento de preparación de una sal doble 1:2 de sulfato-nitrato de amonio en el cual se combinan el sulfato de amonio, el ácido nítrico y una fuente de amoniaco en una solución acuosa para formar una mezcla de reacción. La mezcla de reacción se calienta una temperatura de 160 °C a 180 °C y se deja que reaccione durante un período de tiempo suficiente para formar una mezcla intermedia. De la mezcla intermedia se retira agua suficiente para formar la sal doble de 1:2 de sulfato-nitrato de amonio.

En algunas formas de realización, la presente tecnología se refiere un procedimiento de preparación de una sal doble 1:2 de sulfato-nitrato de amonio en el cual se combinan sulfato de amonio, ácido nítrico y una fuente de amoniaco para formar una mezcla de reacción acuosa. El ácido nítrico y la fuente de amoniaco se hacen reaccionar en presencia del sulfato de amonio para formar una solución acuosa de nitrato de amonio y sulfato de amonio. El contenido de agua de la solución acuosa de nitrato de amonio y sulfato de amonio se reduce para formar una sal doble 1:2 de sulfato-nitrato de amonio.

Descripción breve de los dibujos

Han sido seleccionados ejemplos específicos para propósitos de ilustración y descripción y se muestran en los dibujos acompañantes, lo cual forma una parte de la especificación.

La figura 1 ilustra un procedimiento de la presente tecnología para preparar sulfato-nitrato de amonio.

Descripción detallada

La presente tecnología proporciona métodos y procedimientos para preparar sulfato-nitrato de amonio (SNA) usando solución de sulfato de amonio, ácido nítrico y amoniaco como materiales iniciales. Los procedimientos de la presente tecnología pueden llevarse a cabo en un procedimiento por lotes o en un procedimiento continuo. En algunas formas de realización, los procedimientos de la presente tecnología se llevan a cabo procedimiento continuo.

En algunas formas de realización, y de acuerdo con los procedimientos de la presente tecnología, se usa solución de sulfato de amonio como un material de inicio en lugar de sulfato de amonio sólido o ácido sulfúrico, y el nitrato de amonio se prepara mediante una neutralización de una sola etapa de ácido nítrico con amoniaco en presencia de solución de sulfato de amonio. En algunas formas de realización, se hacen reaccionar ácido nítrico y amoniaco en presencia de una solución de sulfato de amonio, por lo cual se forma una mezcla de nitrato de amonio y sulfato de amonio en agua. Luego, el agua se evapora, por lo cual se forma una mezcla de sal fundida que se convierte a continuación en el producto SNA deseado. En algunos ejemplos, el producto SNA es una sal doble de 1:2 de SNA que tiene la fórmula  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 2(\text{NH}_4\text{NO}_3)$ .

En la figura 1 se muestra un diagrama de un procedimiento 100 ilustrativo, pero no limitante, de la preparación de SNA. Tal como se ilustra, el procedimiento incluye adicionar o cargar cantidades predeterminadas de solución de sulfato de amonio 102, solución de ácido nítrico 104 y una fuente de amoniaco a un primer reactor 108 para formar una mezcla de reacción. En el ejemplo ilustrado, la fuente de amonio es una solución de hidróxido de amonio 106, aunque también pueden usarse otras fuentes de amonio. En algunas formas de realización, el disolvente para cada solución es agua.

Las soluciones pueden tener cualquier concentración adecuada de cada componente. En un ejemplo, la concentración de sulfato de amonio o ser de aproximadamente 40% en peso en la solución de sulfato de amonio 102, la concentración de ácido nítrico puede ser de aproximadamente 68% en peso a aproximadamente 70% en peso en la solución de ácido nítrico 104, y la concentración de hidróxido de amonio puede ser de aproximadamente 29% en peso en la solución de hidróxido de amonio 106. Un ejemplo alternativo, puede agregarse gas de amoniaco a la mezcla de reacción en lugar de solución de hidróxido de amonio 106.

Las cantidades de cada ingrediente que pueden agregarse al primer reactor 108 para formar la mezcla de reacción dependen de las concentraciones de sulfato de amonio, ácido nítrico y amoniaco en las soluciones. En algunas formas de realización, una proporción molar de sulfato de amonio ácido nítrico adicionada al reactor es de aproximadamente 1:1. En algunas formas de realización puede agregarse amoniaco en exceso de la proporción estequiométrica requerida para neutralización para asegurar una conversión completa de ácido nítrico. En algunas formas de realización, la proporción molar de amonio ácido nítrico adicionada al reactor es de aproximadamente 1.3:1.

El procedimiento puede efectuarse calentando la mezcla de reacción en el primer reactor 108 a una temperatura de 160 °C a 180 °C y permitiendo que reaccione la mezcla de reacción por un período de tiempo suficiente para formar una mezcla intermedia 110. El período de tiempo durante el cual se permite que proceda la reacción en el primer reactor 108 puede ser suficientemente largo para dar lugar a que el ácido nítrico se neutralice completamente. La

mezcla intermedia 110 incluye sulfato de amonio y nitrato de amonio y puede incluir desde aproximadamente 15 % en peso de agua a aproximadamente 20 % en peso de agua. Mientras que el contenido de agua de la mezcla intermedia 110 puede variar, en algunas formas de realización el contenido de agua es suficientemente alto para proporcionar suficiente fluidez para facilitar el retiro de la mezcla intermedia 110 del primer reactor 108.

En algunas formas de realización, tal como se ilustra, el procedimiento incluye luego transferir la mezcla intermedia 110 a un segundo reactor 112 y acabar la mezcla intermedia 110 para formar un producto de SNA 116. En algunas formas de realización, el segundo reactor 112 puede tener al menos un mezclador 114 y puede incluir equipo para calentar la mezcla intermedia 110 cuando esta se encuentre en el segundo reactor 112. El segundo reactor 112 también puede estar abierto en la parte superior para facilitar el retiro de agua de la mezcla intermedia 110. En el segundo reactor 112, la mezcla intermedia 110 puede calentarse a una temperatura de acabado de aproximadamente 175 °C a aproximadamente 190 °C. En algunas formas de realización, el segundo reactor 112 puede ser cualquier equipo operado continuamente o por lotes, el cual se configura para retirar de manera controlable el agua de la mezcla intermedia 110.

El agua puede retirarse de la mezcla intermedia 110 manteniendo la mezcla intermedia a la temperatura calentada durante una cantidad suficiente de tiempo para permitir que se evapore la cantidad deseada de agua. En algunas formas de realización, retirar el agua de la mezcla intermedia incluye agitar continuamente la mezcla intermedia 110 mientras se mantiene la mezcla intermedia 110 a la temperatura de acabado. Sin adherirse a ninguna teoría particular, se cree que la agitación continua durante el retiro del agua fomenta el retiro del agua, así como también el mezclado íntimo del sulfato de amonio y el nitrato de amonio, lo cual puede fomentar la formación de la sal doble deseada de SNA de 1:2.

En algunas formas de realización, el producto de SNA 116 formado en el reactor de acabado tiene un contenido de agua de 0.4% en peso a 1.0 % en peso. Una manera de obtener el contenido de agua deseado del producto de SNA 116 es retirando agua de la mezcla intermedia 110 hasta que el contenido de agua se encuentre en los límites deseados. En algunas formas de realización, un método así puede incluir monitoreo continuo o periódico frecuente del contenido de agua de la mezcla intermedia 110 para saber cuándo terminar el procedimiento de retiro de agua.

En algunas formas de realización, el contenido deseado de agua del producto de SNA 116 puede obtenerse retirando sustancialmente o esencialmente toda el agua de la mezcla intermedia 110 y luego agregando una cantidad final de agua devuelta a la mezcla intermedia 110 para formar el producto de SNA 116. En al menos un ejemplo, una cantidad final de agua puede ser de aproximadamente 4% en peso, la cual puede agregarse de vuelta a la mezcla intermedia 110 en el segundo reactor 112, y luego la mezcla intermedia 110 y la cantidad final de agua agregada pueden agitarse durante un período breve de tiempo tal como aproximadamente un minuto más, para preparar el producto de SNA.

Una vez se forma el producto de SNA 116 en el segundo reactor 112, el procedimiento puede incluir retirar el producto de SNA 116 del segundo reactor 112. El procedimiento también puede incluir enfriar el producto de SNA 116, preferiblemente a temperatura ambiente o de la habitación, hasta que se solidifique el producto de SNA 116.

En algunas formas de realización, el producto final tiene un contenido de sal doble de 1:2 de sulfato-nitrato de amonio de al menos 50 por ciento en peso, al menos alrededor de 60 por ciento en peso, al menos aproximadamente 70 por ciento en peso, al menos aproximadamente 80 por ciento en peso o al menos alrededor de 90 por ciento en peso. En algunas formas de realización, el producto final tiene un contenido de sal doble de 1:3 de sulfato-nitrato de amonio de menos de aproximadamente 20 por ciento en peso, menos de aproximadamente 10 por ciento en peso, menos de alrededor de 5 por ciento en peso o menos de alrededor de 1 por ciento en peso.

En algunas formas de realización, el producto final tiene un contenido de sal doble de SNA de 1:2 de alrededor de 65 % en peso a alrededor del 75% en peso. En algunas formas de realización, el producto tiene un contenido combinado de sal doble de SNA de 1:3 y nitrato de amonio no reaccionado de menos de aproximadamente 5 % en peso.

### Ejemplos

El procedimiento básico usado en los ejemplos fue tal como sigue:

Se agregó una solución de sulfato de amonio (SA) a un reactor de vidrio de 1 litro equipado con un condensador. Se agregó ácido nítrico (AN) al reactor, seguido por la adición de hidróxido de amonio (HA) al reactor. La mezcla de reacción se calentó en el reactor a una temperatura de aproximadamente 175 °C y se mantuvo a la temperatura de reacción para hacer reaccionar el ácido nítrico con el hidróxido de amonio para formar nitrato de amonio:  $\text{HNO}_3 + \text{HN}_3$  (aq)  $\rightarrow$   $(\text{NH}_4)(\text{NO}_3)$

Se evaporó el agua, tal como se mide por el volumen de condensado recogido, para producir una mezcla intermedia que tiene un contenido de agua de aproximadamente 15% en peso a aproximadamente 20% en peso. La mezcla intermedia fue drenada del reactor y transferida a un reactor de acabado. En el reactor de acabado, la mezcla intermedia fue calentada a una temperatura de aproximadamente 185 °C y mantenida a esa temperatura con agitación

continúa para retirar el agua. El contenido de agua residual de la mezcla intermedia se redujo a menos de aproximadamente 1 % en peso.

Ejemplo 1

5

Materias primas:

606 g de solución de sulfato de amonio (40 % en peso en H<sub>2</sub>O)

10 167.5 g de ácido nítrico (68-70 % en peso en H<sub>2</sub>O)

139 g de hidróxido de amonio (~29%, NH<sub>3</sub> en H<sub>2</sub>O)

15 La reacción inicial entre ácido nítrico e hidróxido de amonio se dejó proceder hasta que se recogieron 450 ml de condensado. El producto se transfirió a un reactor de acabado y se calentó a 185 °C. El producto se agitó continuamente durante 25 minutos, por lo que el contenido de agua se redujo a menos de 0.1% en peso. Luego se agregaron 15.6 g adicionales de agua al reactor de acabado y la mezcla se agitó durante dos minutos. El producto se retiró del reactor y se enfrió para formar un sólido a temperatura ambiente. Una muestra del producto fue molida para obtener un polvo fino y se analizó mediante difracción de rayos X (XRD) para determinar las cantidades relativas de SA, NA, y sales dobles de 1:2 y 1:3. El contenido de humedad de la muestra también se analizó por medio del procedimiento de Karl Fischer. Los resultados de los análisis se indican en la tabla a continuación:

20

Componente	Porcentaje en peso
	24
Sulfato de amonio	
Nitrato de amonio	0
Sal doble de 1:2	75
Sal doble de 1:3	0
Agua	1

Ejemplo 2

25

Materias primas:

303 g de solución de sulfato de amonio (40 % en peso en H<sub>2</sub>O)

30 167.5 g de ácido nítrico (68-70 % en peso in H<sub>2</sub>O)

139 g de hidróxido de amonio (~29%, NH<sub>3</sub> en H<sub>2</sub>O)

35 La reacción inicial entre ácido nítrico e hidróxido de amonio se dejó proceder hasta que se recogieron 330 ml de condensado. El producto fue transferido a un reactor de acabado donde se calentó a 185 °C y se revolvió continuamente durante 25 minutos, después de lo cual se agitaron 121.2 g de sulfato de amonio sólido finamente molido para incorporarlos a la mezcla. Se agregaron luego 15.6 g adicionales de agua al reactor de acabado y la mezcla se agitó durante un minuto. El producto se retiró del reactor se enfrió para obtener un sólido a temperatura ambiente. Se molió una muestra del producto para obtener polvo fino y se analizó mediante difracción de rayos X (XRD) para determinar las cantidades relativas de SA, NA, y sales dobles de 1:2 y 1:3. El contenido de humedad de la muestra también se analizó mediante el procedimiento de Karl Fischer. Los resultados de los análisis para muestras duplicadas (A y B) son tal como sigue:

40

Componente	Muestra A (% en peso)	Muestra B (% en peso)
Sulfato de amonio	8	13
Nitrato de amonio	0	0
Sal doble de 1:2	91	86
Sal doble de 1:3	0	0
Agua	1	1

Ejemplo 3

45

Materias primas:

606 g de solución de sulfato de amonio (40 % en peso en H<sub>2</sub>O)

50 167.5 g de ácido nítrico (68-70 % en peso en H<sub>2</sub>O)

139 g de hidróxido de amonio (~29%, NH<sub>3</sub> en H<sub>2</sub>O)

5 La reacción inicial entre ácido nítrico e hidróxido de amonio se dejó proceder hasta que se recogieron 450 ml de condensado. El producto se transfirió a un reactor de acabado donde se calentó a 185 °C y se agitó continuamente durante 25 minutos. 15.6 g adicionales de agua se agregaron luego al reactor de acabado y la mezcla fue agitada las muestras de producto se tomaron a un minuto (muestra A) y cinco minutos (muestra B) después de la adición de agua. Cada muestra se enfrió para formar un sólido a temperatura ambiente, se molió en un polvo fino y se analizó mediante difracción de rayos X (XRD) para determinar las cantidades relativas de SA, NA, y sales dobles de 1:2 y 1:3. El contenido de humedad de cada muestra también se analizó mediante el procedimiento de Karl Fischer. Los resultados de los análisis para muestras duplicadas (A y B) son como sigue:

10

Componente	Muestra A (% en peso)	Muestra B (% en peso)
Sulfato de amonio	10	25
Nitrato de amonio	0	0
Sal doble de 1:2	89	45
Sal doble de 1:3	0	30
Agua	1.4	0.1

15

De los resultados anteriores puede verse que la muestra tomada cinco minutos después de agregar agua (muestra B) tiene un contenido de agua residual más bajo y contiene menos sales dobles de 1:2 que la muestra tomada un minuto después de agregar agua (muestra A).

De lo anterior se apreciará que, aunque aquí se han descrito ejemplos específicos para propósitos de ilustración, pueden hacerse diversas modificaciones sin apartarse del alcance de esta divulgación, tal como se define por las reivindicaciones.

**REIVINDICACIONES**

1. Un procedimiento para producir una sal doble de 1:2 de sulfato-nitrato de amonio,  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 2(\text{NH}_4\text{NO}_3)$ , y el procedimiento comprende:
- 5 combinar sulfato de amonio, ácido nítrico y una fuente de amoníaco en una solución acuosa para formar una mezcla de reacción;
- calentar la mezcla de reacción a una temperatura 160 °C a 180 °C;
- 10 permitir que la mezcla de reacción reacciones durante un período de tiempo suficiente para formar una mezcla intermedia;
- retirar suficiente agua de la mezcla intermedia para formar la dobles sal de 1:2 de sulfato-nitrato de amonio,
- 15 en donde la etapa de retirar agua suficiente de la mezcla intermedia comprende, o bien
- (a) reducir el contenido de agua a unos límites de 0.4 por ciento en peso a 1 por ciento en peso; o
- 20 (b) retirar el agua de la mezcla intermedia; y agregar una cantidad final de agua de vuelta a la mezcla intermedia para formar la sal doble de sulfato-nitrato de amonio.
2. El procedimiento de la reivindicación 1, en donde la mezcla de reacción incluye una proporción molar de sulfato de amonio a ácido nítrico que es de 1:1.
- 25 3. El procedimiento de la reivindicación 1, en donde la mezcla de reacción incluye una proporción molar de amoníaco a ácido nítrico que es de 1.3:1.
4. El procedimiento de la reivindicación 1, en donde combinar sulfato de amonio, ácido nítrico y una fuente de amoníaco en una solución acuosa para formar una mezcla de reacción comprende combinar una solución de sulfato de amonio, una solución de ácido nítrico y una solución de hidróxido de amonio.
- 30 5. El procedimiento de la reivindicación 1, en donde la mezcla intermedia incluye desde 15 % en peso de agua a 20 % en peso de agua.
- 35 6. El procedimiento de la reivindicación 1, en donde la mezcla intermedia se calienta a una temperatura de acabado desde 175 °C a 190 °C.
7. El procedimiento de la reivindicación 1, en donde la sal doble de sulfato-nitrato de amonio tiene un contenido de sal doble de 1:2 de sulfato-nitrato de amonio de al menos 50 por ciento en peso, preferiblemente al menos 60 por ciento en peso, más preferiblemente al menos 70 por ciento en peso, aún más preferiblemente al menos alrededor de 80 por ciento en peso, del modo más preferible al menos 90 por ciento en peso.
- 40 8. El procedimiento de la reivindicación 1, en donde la dobles sal de sulfato-nitrato de amonio tiene un contenido de sal doble de 1:3 de sulfato-nitrato de amonio de menos de 20 por ciento en peso, preferiblemente menos de 10 por ciento en peso, más preferiblemente menos de 5 por ciento en peso, del modo más preferible de menos de 1 por ciento en peso.
- 45 9. Un procedimiento para preparar una sal doble de 1:2 de sulfato-nitrato de amonio,  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 2(\text{NH}_4\text{NO}_3)$ , y el procedimiento comprende:
- 50 combinar sulfato de amonio, ácido nítrico y una fuente de amoníaco para formar una mezcla de reacción acuosa;
- hacer reaccionar el ácido nítrico y la fuente de amoníaco en presencia del sulfato de amonio para formar una solución acuosa de nitrato de amonio y sulfato de amonio; y
- 55 reducir el contenido de agua de la solución acuosa de nitrato de amonio sulfato de amonio para formar una sal doble de 1:2 de sulfato-nitrato de amonio,
- 60 en donde reducir el contenido de agua de la solución acuosa de nitrato de amonio sulfato de amonio para formar la sal doble de 1:2 de sulfato-nitrato de amonio comprende, o bien
- (a) reducir el contenido de agua a un límite de 0.4 por ciento en peso a 1 por ciento en peso; o
- 65 (b) retirar el agua de la solución acuosa para formar una solución de sal fundida; y agregar una cantidad final de agua de vuelta a la solución de sal fundida para formar la sal doble de 1:2 de sulfato-nitrato de amonio.

10. El procedimiento de la reivindicación 9, en donde combinar sulfato de amonio, ácido nítrico y una fuente de amoníaco para formar una mezcla de reacción acuosa comprende agregar la fuente de amoníaco en exceso estequiométrico con respecto al ácido nítrico.
- 5
11. El procedimiento de la reivindicación 9, en donde combinar sulfato de amonio, ácido nítrico y una fuente de amoníaco para formar una mezcla de reacción acuosa comprende agregar parte del sulfato de amonio en forma de una solución acuosa de sulfato de amonio y agregar parte del sulfato de amonio en forma de un sólido.
- 10
12. El procedimiento de la reivindicación 9, en donde reducir el contenido de agua de la solución acuosa de nitrato de amonio y sulfato de amonio para formar la sal doble de 1:2 de sulfato-nitrato de amonio comprende:
- calentar la solución acuosa a una temperatura de acabado desde 175 °C a 190 °C; y
- 15
- retirar agua de la solución acuosa manteniendo la mezcla intermedia a la temperatura de acabado.
13. El procedimiento de la reivindicación 12 comprende además agitar continuamente la mezcla intermedia mientras se mantiene la mezcla intermedia a la temperatura de acabado.
- 20
14. El procedimiento de la reivindicación 9, en donde la sal doble de sulfato-nitrato de amonio tiene un contenido de sal doble de 1:2 de sulfato-nitrato de amonio de al menos 50 por ciento en peso, preferiblemente al menos 60 por ciento en peso, más preferiblemente al menos 70 por ciento en peso, aún más preferiblemente al menos alrededor de 80 por ciento en peso, del modo más preferible al menos 90 por ciento en peso.
- 25
15. El procedimiento de la reivindicación 9, en donde la sal doble de sulfato-nitrato de amonio tiene un contenido de sal doble de 1:3 de sulfato-nitrato de amonio de menos de 20 por ciento en peso, preferiblemente menos de 10 por ciento en peso, más preferiblemente menos de 5 por ciento en peso, del modo más preferible de menos de 1 por ciento en peso.

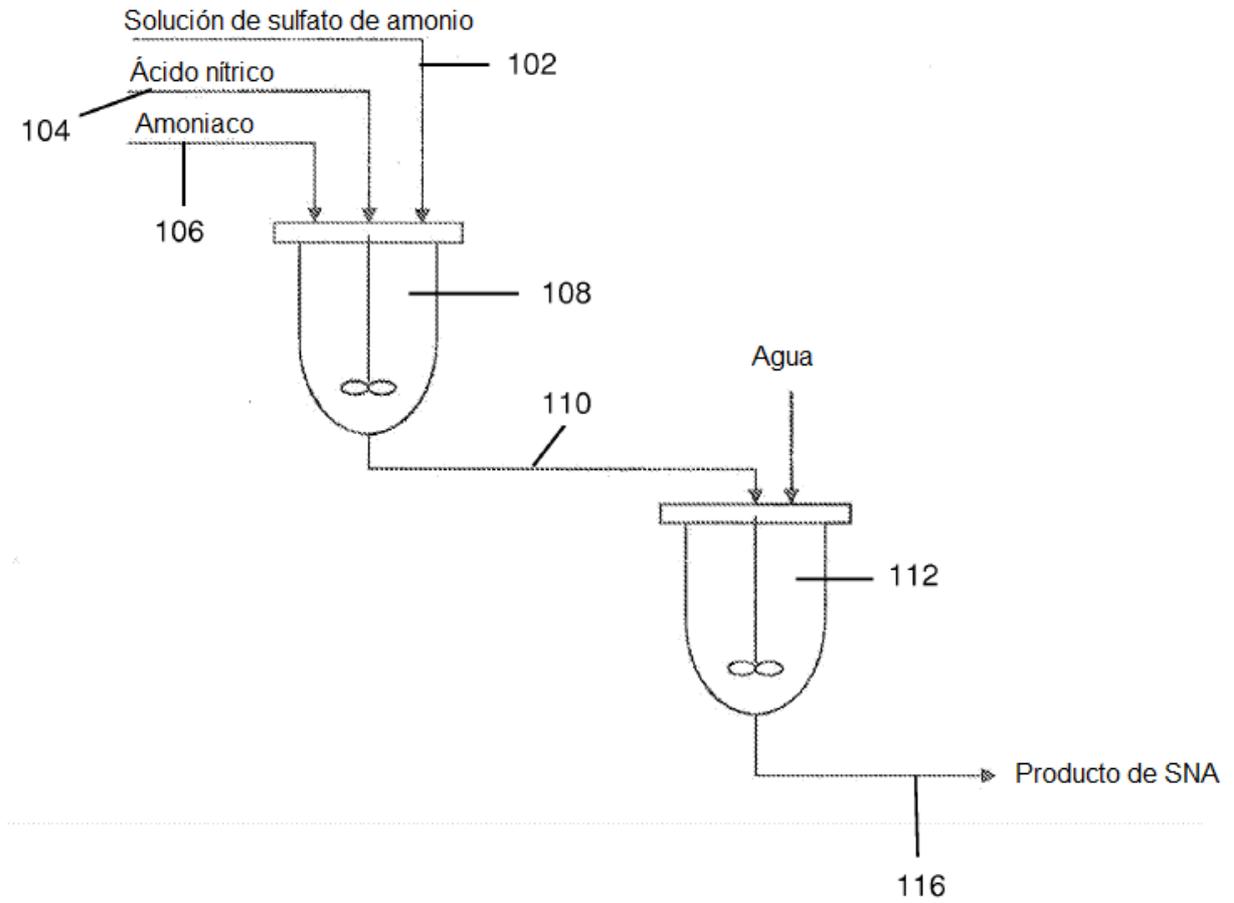


Figura 1

Procedimiento para preparar sulfato-nitrato de amonio