

se endurecen. El amoniaco queda disuelto en el baño precipitante, que debe renovarse tan rápidamente que la concentración de amoniaco no pase de un valor muy pequeño, ya que, de otro modo, la acción del baño precipitante sobre los hilos obtenidos se alteraría. El máximo de la concentración de amoniaco prácticamente admisible viene a ser de 0,05 por 100.

Resulta pues en el proceso de hilatura, una gran cantidad de solución acuosa de amoniaco muy diluída, cuya reducida concentración hace imposible recuperar económicamente el amoniaco por un método sencillo, por ejemplo, mediante destilación.

El invento tiene por objeto ante todo dar al amoniaco en solución extraordinariamente diluída, contenido en el baño, una forma más concentrada, haciendo así posible su recuperación.

Es sabido el modo de definir cuantitativamente el magnesio y el ácido fosfórico, por precipitación, como fosfato magnésico, habiéndome de operar siempre con exceso de amoniaco. Esta reacción se desarrolla a la inversa en el sentido de una precipitación prácticamente completa del amoniaco, especialmente favorable y rápida, cuando la concentración amoniacal es precisamente muy pequeña.

El fosfato magnésico de amonio resultante presenta la forma de un precipitado pesado, cristalino, de deposición tan rápida que la precipitación puede efectuarse con agua corriente, interponiendo una torre de deposición, sin pérdida apreciable de fosfato magnésico de amonio.

El precipitado puede escurrirse fácilmente. El comprimido contiene hasta 5 por 100 de NH_3 . De este modo, la concentración de amoniaco queda multi-



plicada por 100.

Ejemplo:

100 metros cúbicos de baño precipitante contienen 50 Kgs. de amoníaco en solución. Para precipitarlo, se mezcla con 598 Kgs. de solución de $Mg Cl_2 \cdot 6aq$ y con otra de 1054 Kgs. de $Na_2 H PO_4 \cdot 12 aq$. El fosfato magnésico de amonio se separa entonces en forma de precipitado cristalino.

Lo esencial del invento consiste además en la posibilidad de precipitar cuantitativamente, también de modo directo, el amoníaco contenido en los desagües, por medio de formas de hidratos convenientes de fosfatos secundarios de magnesio.

Se ha comprobado, en efecto, que no todos los fosfatos magnésicos pueden precipitar cuantitativamente amoníaco, y así, el fosfato magnésico anhidro no lo precipita en absoluto, y el que contiene $3H_2O$ muy poco, en tanto que los hidratos de 6 o 7 y $14H_2O$ precipitan cuantitativamente amoníaco. De estos últimos el más adecuado es el hidrato con $7H_2O$, porque puede recuperarse siempre de modo fácil y seguro.

Este invento es especialmente importante por haberse comprobado además que todas estas formas de hidratos apropiados para precipitar el amoníaco pueden obtenerse de manera muy sencilla partiendo de los fosfatos magnésicos que no le precipitan o lo precipitan difícilmente, y aun es posible llegar a ellas partiendo de fosfato magnésico de amonio directamente, con la misma facilidad o más sencillamente todavía. Iniciada la precipitación del amoníaco, el producto de la reacción $Mg (NH_4) PO_4$ puede regenerarse de modo que la precipitación pueda efectuarse siempre con el mismo sulfato magnésico o sus formas apro-

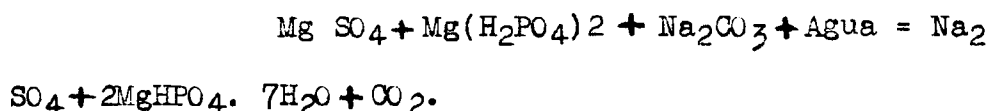


1025

piadas de hidratos, especialmente $MgHPO_4 \cdot 7H_2O$.

Por ejemplo: 100 metros cúbicos de agua precipitante, que contenga 50 Kgs. de amoníaco, se mezclan con 730 Kgs. de $MgHPO_4 \cdot 7H_2O$, obteniéndose como precipitado 720 Kgs. de $Mg(NH_4)PO_4 \cdot 6 aq$ (seco).

El procedimiento con fosfatos de magnesio que admitan poco amoníaco o no lo admitan en absoluto, como los que por ejemplo pueden obtenerse al dividir el fosfato magnésico de amonio en caliente, se dirige convirtiendo el fosfato magnésico de que se trate, en primer término, por disolución en ácido sulfúrico, en $MgSO_4 \cdot Mg(H_2PO_4)_2$, provocando, por medio de sosa, una precipitación de $MgHPO_4 \cdot 7H_2O$:



Realmente, también la solución de $MgSO_4 \cdot Mg(H_2PO_4)_2$ sirve para precipitar amoníaco, pero sólo en parte, pues la mitad se convierte en sulfato de amonio y permanece disuelta.

Este procedimiento permite convertir todos los sulfatos magnésicos en aquellos que sirven para precipitar cuantitativamente amoníaco.

Por ejemplo: Suponiendo que hayan de convertirse 100 Kgs. de $MgHPO_4 \cdot 3H_2O$ en la forma de hidrato con $7H_2O$, mezclamos para este fin con 28,6 Kgs. de H_2SO_4 , y precipitamos el sulfato de magnesio + fosfato de magnesio con 30,4 Kgs. de sosa (calcínada).

La solución de $MgSO_4 \cdot Mg(H_2PO_4)_2$ puede unirse naturalmente de modo directo con amoníaco y sosa, obteniéndose al formarse fosfato magnésico, como producto intermedio, el fosfato magnésico de amonio.

La producción del fosfato magnésico se-

cundario es posible tambien directamente, según el invento, partiendo del fosfato magnésico de amonio exprimido dividiendo este último con ácido. Se le trata con una cantidad de ácido equivalente al amoniaco, por ejemplo, ácido sulfúrico o ácido muriático, obteniéndose sal de amonio en solución y fosfato secundario con 7 moléculas de agua cristalizada. Mientras el sulfato de amonio, en general, especialmente en la proporción que aquí resulta, da lugar a una solución de fosfato de magnesio, o a una reducción de su precipitación, manteniendo ciertas concentraciones es posible separar todo el fosfato magnésico como cuerpo básico insoluble, de modo que en la solución no haya más que sal de amonio. Se ha visto al mismo tiempo que las condiciones del periodo de reacción, temperatura y concentración pueden establecerse de modo que el fosfato de magnesio separado como cuerpo básico insoluble se precipite en una forma de hidrato tal que sirva directamente para la precipitación cuantitativa del amoniaco.

Si la división del fosfato magnésico de amonio se efectúa con una concentración de ácido demasiado baja, al escaso calor de reacción no se produce una separación del fosfato doble. Pero si se calienta más, se forma amoniaco sulfuroso y fosfato de magnesio, y éste se precipita con 3 moléculas de agua cristalizada, forma que no adopta el amoniaco de soluciones diluidas.

Ahora bien, si se quiere emprender la división del fosfato magnésico de amonio en una concentración ácida demasiado fuerte, no se consigue aquella desde luego. Sólo después de calentar lentamente se forma amoniaco sulfuroso, y el fosfato de magnesio se

precipita igualmente en la forma no utilizable con 3 moléculas de agua cristalizada.

Ejemplo:

720 Kgs. de $Mg(NH_4).PO_4.6aq.$, con 50 Kgs. de amoníaco, se descomponen con 143 Kgs. de ácido sulfúrico (que ha de diluirse al peso específico de 1,7), formándose como cuerpo básico fosfato de magnesio, en tanto que el amoníaco permanece en la solución unido al ácido sulfúrico.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Alemania en 6 de Mayo de 1924, bajo el No. B.113980 IV/12k se acoge a los beneficios del artículo 16 de la Ley de Propiedad Industrial.



-o-o-o- N O T A -o-o-o-

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Patente de VEINTE años, son los siguientes:

1ª. - Un procedimiento de recuperación del amoníaco contenido en el baño precipitante, en la fabricación de hilo artificial, por el procedimiento del óxido de cobre amoniacal, caracterizado por precipitarse el amoníaco disuelto en el baño a baja concentración por medio de una sal de magnesio y fosfato de sodio, exprimiendo el precipitado para enriquecer el contenido de amoníaco, y separando a continuación éste del fosfato de magnesio, por ejemplo, tratándolo con ácidos.

2ª. - Un procedimiento de recuperación del amoníaco contenido en el baño precipitante, en la fabricación de hilo artificial, por el procedimiento del óxido de cobre amoniacal, caracterizado por precipitar-

se el amoníaco disuelto en el baño a baja concentración por medio de un fosfato de magnesio apropiado para la precipitación cuantitativa de aquél.

3º. - Un procedimiento conforme se reivindica en el punto 2º, caracterizado por utilizarse para la precipitación una forma de hidrato del fosfato de magnesio, por ejemplo, $MgHPO_4 \cdot 7H_2O$.

4º. - Un procedimiento conforme se reivindica en el punto 2º, caracterizado por regenerarse constantemente los fosfatos de magnesio necesarios para la precipitación, partiendo de fosfato magnésico de amonio.

5º. - Un procedimiento conforme se reivindica en los puntos 2º a 4º, caracterizado por convertirse fosfatos de magnesio no apropiados para la precipitación de amoníaco, o capaces sólo de precipitarlo en parte, en otros fosfatos que pueden provocar una precipitación cuantitativa del NH_3 , disolviéndolos en ácido, por ejemplo, H_2SO_4 , y precipitándoles de nuevo con sosa.

6º. - Un procedimiento conforme se reivindica en los puntos 2º a 5º, caracterizado por extraerse primero, mediante ácido sulfúrico, el amoníaco de una solución de fosfato magnésico de amonio, tratándole después con ácido sulfúrico y sosa para recuperar un fosfato de magnesio apropiado para precipitar el amoníaco.

7º. - Un procedimiento conforme se reivindica en los puntos 2º a 6º, caracterizado por agregar la solución de una mezcla de fosfato de magnesio y sulfato de magnesio ($MgSO_4 - Mg(H_2PO_4)_2$) simultáneamente con una solución correspondiente de sosa, al baño amónico de precipitación, transformando inmediatamente el fosfato de magnesio intermedio en fosfato magnésico



de amonio.

8º. - Un procedimiento conforme se reivindica en los puntos 2º a 4º, caracterizado por dividirse con ácido el fosfato magnésico de amonio para recuperar el fosfato de magnesio, de tal modo que resulte cuantitativamente fosfato de magnesio como cuerpo básico no disuelto, y el amoníaco permanezca en solución unido al ácido.

9º. - Un procedimiento conforme se reivindica en el punto 8º, caracterizado por rociarse el fosfato magnésico de amonio (con 50% aproximadamente de agua) con una cantidad tal de ácido sulfúrico de 45 a 62ºBé, que corresponda al amoníaco contenido en la sal, separándose cuantitativamente fosfato de magnesio (con 7 moléculas de agua cristalizada), que puede utilizarse inmediatamente para precipitar amoníaco de soluciones diluídas.

10º. - Un procedimiento para recuperar el amoníaco de los desagües, en la fabricación de hilo artificial, por el procedimiento del óxido de cobre amoniacal.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

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

Madrid, 2 de abril de 1925.

P. A.
Alberto de Elzaburu
Por Poder

