

PL/H.



MEMORIA DESCRIPTIVA

para una patente de invención por veinte años, por = Procedimien-  
to para fabricar sulfatos alcalinos y amónico o sus sales dobles.  
a favor de Don Ferdinand S T E I N, residente en Hannover-Wald-  
hausen (Alemania) Brandestrasse 21.-

/=/=/=/=/=/=/=/=/=/=/=/=/=/=/=/=/=/=/

El objeto del presente invento de procedimiento es la trans-  
formación de sales que se presentan en la naturaleza o que se ob-  
tienen artificialmente, tales como la glauberita, singenita, Loe-  
weitita, Astrakanita, Vanhoffita, Langbeinita, Schoenita, Pohali-  
ta y dobles sales similares así como de los residuos y desperdi-  
cios de fabricación de los componentes que contienen, transfor-  
mación que se hace mediante el amoniaco y ácido carbónico en pre-  
sencia del agua, es decir con las lejías que se precipitan duran-



te la fabricación, de cuyo líquido se separan y obtienen sucesivamente los carbonatos cálcico y magnésico y soluciones de sulfatos alcalinos y amónico y en los que al obtenerse las sales que contienen sulfato magnésico, también se disuelven ligeras proporciones de ésta última sal.

Las condiciones en que se verifican son parecidas a las conocidas para las transformaciones del gipso o yeso o sulfato magnésico.

Los carbonatos así obtenidos pueden beneficiarse en la forma usual.

La proporción de amoníaco puede calcularse en forma a que sea equivalente a la transformación necesaria en carbonatos, de los sulfatos cálcico y magnésico, es decir que no se empleará en gran exceso. Así mismo, si queremos un carbonato neutral, la cantidad de ácido carbónico que se emplee, se apreciará en esa misma relación.

La transformación de las sales dobles de sulfato cálcico se hace más fácilmente que cuando se trata de por ejemplo gipso o yeso, porque en el desdoblamiento de las dobles sales el sulfato cálcico es más fácilmente atacable en la separación. Las cantidades de agua que se usen para la transformación tienen que medirse en forma tal que acabe la operación en el tiempo necesario durante la ejecución del procedimiento, pero por otra parte hay que considerar sea la cantidad de agua lo más pequeña posible, para lograr lejías lo más concentradas posible y para economizar gastos de vaporización inevitables en las fases sucesivas. Si las mezclas de las aguas de las sales resultan demasiado espesas, pueden adicionarse luego con las lejías precipitadas de la fabricación, al someter las lejías a la obtención de sulfatos o sales dobles, con lo que se harán más delgadas.

El carbonato cálcico se separará antes o después de la eliminación del amoníaco contenido en el líquido y el carbonato mag-



nésico antes de ello, separándose los precipitados de carbonato por lavado y se aprovecharán las aguas del lavado como lejías de reserva para la fase de operación de la carga próxima siguiente. La solución salina se calentará para eliminar el amoníaco y ácido carbónico en exceso, a fin de trabajarla para obtener los sulfatos alcalinos y amónico o sus sales dobles, después de vaporización eventual.

En caso de soluciones de reserva bastante concentradas puede ocurrir que el sulfato alcalino contenido en el precipitado de carbonato sea difícilmente soluble por lo que se calentará previamente a fin de que vaya soltándose para cristalización.

Mediante una primera modificación de éste procedimiento inventivo, se logra el empleo o utilización de esos mismos materiales de salida, mediante adición de cloruro alcalino o mediante sustitución parcial o total del sulfato alcalino por el cloruro alcalino.

Así por ejemplo, en vez de glauberita, se podrán emplear o utilizar mezclas con ésta con Na Cl o con gipso y cloruro sódico o mezclas similares que contengan la sal gema en grande o pequeña proporción. En forma parecida puede operarse la obtención de sulfatos, mediante Kainita, o lodos de carnallita en frío y caliente o con los residuos que resultan de las soluciones de sales de Kalirch. Cuando se trata de sales que contengan magnesia, aparecen también en este caso ligeras proporciones de sales magnésicas en las lejías, aunque no originan inconvenientes en las fases ulteriores del tratamiento. El cloruro amónico que se forma como producto simultáneo puede recuperarse de las lejías madres finales, sin dificultad alguna.

Ambos procedimientos acabados de describir pueden sufrir una segunda modificación, empleando el amoníaco y el ácido carbónico, en vez de una cantidad justamente o estrictamente necesaria, en un exceso tal (en condiciones de operación iguales) que se sepa-



ren la mayoría de las sales alcalinas en forma de carbonatos ácidos difícilmente solubles, simultáneamente con las sales casi insolubles de carbonatos cálcico y magnésico, conteniendo entonces las soluciones el restante de las sales alcalinas junto con la sal amoniacal. Pero las lejías libres de carbonatos cálcico y magnésico, obtenidas por ambos procedimientos antes descritos, pueden también tratarse de nuevo con un exceso de amoniaco y ácido carbónico, mediante cuyo tratamiento se forma los bicarbonatos alcalinos. Esta última modificación no está indicada para la obtención de carbonato alcalino a causa de su separación o eliminación en forma de doble sal magnésica. Los bicarbonatos así obtenidos es decir sus mezclas con los carbonatos cálcico y magnésico, que también pueden contener dobles sales de ambos elementos o cuerpos, se trabajarán en forma corriente para la obtención de carbonato alcalino.

Como las soluciones así obtenidas contienen principalmente sales amónicas se puede también limitarse a obtener las mezclas de sales amónicas que van formandose durante el proceso de las operaciones, mientras que las sales alcalinas en las lejías, eventualmente también como sales, van incorporándose siempre de nuevo a las fases de la fabricación. De este modo se puede también trabajar por ejemplo con tenardita y hasta en caso dado mezclada con glauberita o dobles sales similares o con la sal gema que les acompaña como ganga o cuerpo accesorio o con el sulfato liberado, por lavado de la sal gema, de esa mezcla de sales.

Otra tercera modificación de ambos repetidamente citados procedimientos, consiste en que teniendo en cuenta la proporción o cantidad de ácido carbónico correspondiente a éste procedimiento, debemos emplear el amoniaco para el tratamiento por estar en considerable exceso y así podemos precipitar la mayor parte de los sulfatos alcalinos junto con los carbonatos, pero las soluciones obtenidas por ambos primeros procedimientos después de eli



minar el carbonato, podemos también tratarlas con un considerable exceso de amoníaco con precipitación simultánea de los carbonatos alcalinos. En determinadas circunstancias se precipitarán también en esa forma los sulfatos alcalinos como sales dobles de sulfato amónico. La naturaleza de la precipitación depende sencillamente de las condiciones de concentración.

Por esos primeros procedimientos mencionados y sus modificaciones descritas, después de someter el tratamiento al calor para eliminación del exceso de amoníaco y ácido carbónico, se obtienen soluciones, que contienen sulfatos alcalinos y sulfato amónico y en caso dado también algo de sulfato magnésico y en los que también puede haber una parte de estas bases en forma de cloruros. En primer lugar, respecto de las sales magnésicas, hay que advertir que solo en forma secundaria influyen sobre las operaciones posteriores porque al incorporar sucesivamente las lejías madres a las fases de fabricación siempre de nuevo, su contenido magnésico va reduciéndose paulatinamente.

En la descripción del tratamiento posterior de las lejías para obtener sulfatos alcalinos y amónico y sus sales dobles, puede de consiguiente prescindirse de la presencia de las sales magnésicas. Los procedimientos descritos pueden utilizarse para todas las mezclas de sales que se compongan de una mezcla de sulfatos y cloruros de calcio, magnesio, sodio y potasio y en la falta eventual de sulfatos, adicionarlos, sobre todo los de calcio y magnesio. Pueden por lo tanto emplearse todas las sales potásicas en bruto, así como las sales obtenidas al tratarlas y mezcla de sales, como antes explicado mediante ejemplos. En forma igual pueden empero también trabajarse todas las mezclas de sales semejantes, por ejemplo sales tales en que los cloruros pueden substituirse total o parcialmente por nitratos, como los yacimientos naturales de sales chilenas y las sales y mezclas de éstas obtenidas en el tratamiento de los mismos.



Respecto a la explicación a forma de tratarse las soluciones que se obtienen se esas sales mediante el procedimiento de éste invento, no se mencionará aquí pues la fabricación de los sulfatos alcalinos y amónico así como de sus dobles sales, no pasará en la descripción de éste invento de las soluciones mismas, que junto a éstas sales contienen también cloruros. Indicaremos las condiciones de concentración mediante las que hay que obtener estas sales bajo circunstancias favorables. Estas concentraciones pueden verificarse por vaporización o por solución de sales o mezclas de sales, cuyos detalles se explicarán mediante ejemplo sobre sales sódicas.

Los sulfatos alcalinos y amónico y sales dobles tienen la propiedad común de que a elevada temperatura la solución no es estable y ésta circunstancia favorece la separación de los sulfatos alcalinos, del sulfato amónico. El mayor rendimiento de los primeros se obtiene cuando las soluciones que meramente contienen sulfato alcalino y amónico, se elevan mediante alta temperatura a una concentración tal, que junto el sulfato alcalino que se separa en gran proporción paulatinamente, empieza el sulfato amónico a saturarse y continuando la concentración empieza éste a separarse. Por ejemplo rinden o producen 108 partes de sulfato sódico-sulfato, amónico-tetrahidrato tratadas con la correspondiente cantidad de agua o una solución análoga obtenida mediante el procedimiento sometida al calor, 28 partes de sulfato sódico junto con 100 partes de una solución de la composición siguiente:

41,3 %	de sulfato amónico	
15,7 %	" " sódico	
43,0 %	de agua	1).

Esta solución 1 adicionada de cloruro sódico hasta saturación en esta sal (40 partes) rinde o suministra además 55 partes de sulfato sódico (cuando las 28 partes de sulfato sódico no se eliminaron, esto es 83 partes) y además la solución siguiente:



36,5 % cloruro amónico  
 0,6 % cloruro sódico  
 13,7 % sulfato sódico  
 49,2 % agua

2).

de la que al enfriar se obtienen 19,5 partes de cloruro amónico y la lejía madre siguiente:

~~21,1 % cloruro amónico~~  
 0,8 % cloruro sódico  
 17,0 % sulfato sódico  
 61,1 % agua

3).

Se obtienen 100 partes de la lejía 2 con 24,7 partes de sulfato sódico, al tratar 45 partes de sulfato amónico a 100a con 40,5 partes de cloruro sódico y agua.

Si al enfriar la lejía 2, se vaporiza la obtenida 5 que después se mencionará, reconstituiremos la lejía 1 con separación de 13 partes de sulfato amónico.

Al tratar la lejía 1, después de separar 28 partes de sulfato sódico, en vez de cloruro sódico con 16 partes de cloruro amónico, se obtendrán al enfriar 46 partes de sulfato amónico y la lejía siguiente saturada de cloruro amónico y sulfato amónico:

16,9 % cloruro amónico  
 7,1 % cloruro sódico  
 13,9 % sulfato sódico  
 62,1 % agua

4).

Las lejías así obtenidas con nuevas soluciones de sales dobles, pueden siempre reconstituirse para utilizarlas y según la elección de los cloruros alcalinos, como materiales de salida siempre accesible, es decir del cloruro amónico como medio precipitante, formado durante la conversión, esas lejías suministran simplemente sulfato alcalino o con ello mayores o menores cantidades de sulfato amónico. Si al fabricar el sulfato potásico, esas soluciones están al mismo tiempo saturadas de sal só-



dica se obtienen glaserita en vez de sulfato potásico.

En términos generales pueden fabricarse sulfatos alcalinos mediante esas sales dobles y agua o sus soluciones por vaporización o mediante adición de sales, puesto que dicho sulfatos en estado mas caliente posible, se saturan previamente de sulfato alcalino y hasta de sulfato amónico. Las soluciones así obtenidas, después de separación del sulfato alcalino y adición de cloruro amónico en proporción tal que después del enfriamiento haya saturación de cloruro y sulfato amónicos, suministran sulfato amónico o sin separar el sulfato alcalino si se adiciona cloruro alcalino hasta saturación de éste y conservación de alta temperatura, aumenta considerablemente el rendimiento del sulfato alcalino, mientras que después de la separación del mismo cristaliza el cloruro amónico.

Se obtienen los mismos resultados al operar con una mezcla de sulfato amónico y cloruro alcalino o de sulfato alcalino y cloruro amónico bajo las condiciones de concentración antes indicadas. Para estas transformaciones basta agitar la mezcla de sales con agua sin necesidad de previa disolución de las sales.

En la fabricación de las sales dobles hay que tener en cuenta el desdoblamiento de las mismas a elevada temperatura, ya antes mencionado. Si para ello se necesita el calor es preciso que las sales simples que se separan durante el enfriamiento, se mantengan en movimiento con la lejía hasta tener la seguridad de haber pasado el limite de constitución o existencia de la doble sal. Para acortar el tiempo necesario en ello, es conveniente reducir el tiempo de la refrigeración principal mediante la adición de lejías madres frias.

Todas las soluciones que contengan sulfatos alcalino y amónico en proporciones aproximadamente equivalentes, durante la contracción en la medida requerida, suministran la sal doble, independientemente de las sales que hayan podido separarse pre-



viamente con tal de que la operación se ejecute en la forma antes indicada y no se hayan retirado las sales que se separaron por la contracción. También las lejías madres así obtenidas pueden siempre tratarse de nuevo del mismo modo para la obtención de las sales dobles.

Las lejías así obtenidas conteniendo sulfatos equimoleculares, tienen la siguiente composición:

18,8 %	sulfato amónico	
20,2 %	sulfato sódico	
61,0 %	agua	5).

Pero también se obtiene la doble sal, con lejías calientes conteniendo principalmente sulfato amónico; por ejemplo al enfriarse, de 10 partes de la lejía 1 se obtienen 31 partes de doble sal sulfato sódica que aun contiene 16 % de sulfato amónico, pero que mediante adición de agua o de lejía no saturada de sulfato amónico, puede mantenerse en solución. La lejía así obtenida está saturada de sulfato amónico y tiene la siguiente composición:

38,3 %	sulfato amónico	
7,2 %	sulfato sódico	
54,5 %	agua	6).

El mayor rendimiento de las dobles sales, en presencia o adición de cloruros se logra en los casos en que las lejías madres frías al precipitarse las dobles sales exclusivamente, están también total o aproximadamente saturadas de sulfato alcalino y cloruro amónico. La doble sal de sulfato sódico obtenida durante el proceso, como lejía madre tiene la siguiente composición:

16,9 %	cloruro amónico	
7,1 %	cloruro sódico	
13,9 %	sulfato sódico	
62,1 %	agua	7).

La misma lejía se obtiene partiendo de la lejía 5 mediante adición de cloruros amónico y sódico y considerable separación de



dobles sales, y se mantienen las condiciones de saturación antes indicadas, con lo que la sal obtenida de la lejía 5 por enfriamiento, no precisa ser previamente eliminada de la lejía. El mismo resultado se logra si se tratan cloruro alcalino y sulfato amónico o cloruro amónico y sulfato alcalino con agua o lejías en estas condiciones de concentración.

También llegamos al mismo resultado, agitando a la temperatura ordinaria los citados elementos.

Estas dobles sales son un factor principal para la fabricación de los sulfatos alcalinos como producto intermedio y en caso requerido también para la del sulfato amónico, mediante su transformación con cloruros, porque la conversión ésta, pasando por estas dobles sales se hace mejor que ejecutándolo directamente. Además el sulfato potásico amónico es un abono agrícola de gran valor por contener potasio y nitrógeno.

Respecto a la separación de los cloruros trataremos de ello con detalles ulteriores. Hay que advertir sin embargo que para la obtención de los mismos puede ser conveniente eliminar lo mas posible al ácido sulfurico contenido, lo cual se verifica precipitandolo como doble sal, del sulfato alcalino correspondiente mediante el sulfato cálcico de una singenita o de una glauberita. Las últimas sales se incorporaran nuevamente al curso de fabricación o se descompondrán tratándolas con agua recuperando así el sulfato alcalino. La singenita, como producto difícilmente soluble, tiene además la ventaja de ser un abono potásico que esta menos expuesto al peligro de infiltración en el suelo agrícola y de ser durante un periodo prolongado de la vegetación, mas eficaz que las sales potásicas de mayor solubilidad.

Para preparar u obtener estas dobles sales de sulfato cálcico se tratan las lejías que contienen ácido sulfurico, con las proporciones correspondientes de yeso o gipso y un ligero exceso del correspondiente cloruro alcalino. Si no se intenta





la fabricación de sulfato amónico y sulfato alcalino o sus dobles sales, caracterizado en la transformación de sales naturales o artificiales de sulfato magnésico y sulfato cálcico o ambos sulfatos de sales minerales que tambien contengan sulfato alcalino o mezclas de sales similares, en que una parte de los sulfatos puede estar reemplazada por cloruros u otras sales alcalinas fácilmente solubles, mediante el tratamiento con amoniaco y ácido carbónico, que se transformarán pues en carbonatos de magnésico y cálcio, con obtención de las soluciones salinas.

2.- Procedimiento para obtener soluciones apropiadas para la fabricación de sulfato amonico junto con sulfato alcalino o sus sales dobles, según reivindicación 1, caracterizado en que en caso requerido, después de previa eliminación de los carbonatos separados se emplea o utiliza el ácido carbónico en exceso para formar los carbonatos alcalinos o sus dobles sales o en que se emplea el amoniaco en gran exceso para precipitar los sulfatos alcalinos o de sus dobles sales y en que en éste procedimiento inventivo, también puede emplearse tenardita, eventualmente con la glauberita, sea en estado natural o en estado lavado.

3.- Procedimiento para obtener o preparar soluciones adecuadas o apropiadas para la fabricación de sulfato amónico junto con sulfato alcalino o sales dobles derivadas, según reivindicaciones 1 y 2, caracterizado en que las lejias madres obtenidas o en que las soluciones obtenidas en la fabricación de los sulfatos, eventualmente con separación de los cloruros, se van incorporando de nuevo al proceso, total o parcialmente, de modo que las sales nuevamente formadas en la transformación, permanecen mezcladas con los carbonatos o bien se disuelven en estas lejias o en agua después de su separación, disponiendose o preparandose acto seguido para su cristalización.

4.-, Procedimiento para obtener sulfatos alcalinos partiendo de estos, junto con sulfato amónico y en caso dado también sa-



les que contengan cloruros, mezclas salinas o soluciones, caracterizado en que a la temperatura lo más elevada posible, las condiciones o estado de concentración sea tal que aproximadamente haya saturación de sulfato amónico, también de cloruro amónico, así como de sulfato alcalino formado en la cantidad máxima imaginable.

5.- Procedimiento para fabricar sulfato amónico con este, junto sulfatos alcalinos y en caso requerido también sales conteniendo cloruros, mezclas salinas o soluciones, caracterizado en la incorporación de soluciones privadas de cloruros, conteniendo en su mayoría sulfato amónico hasta aproximadamente saturarse en sulfato alcalino con separación de sulfato amónico o en que la cantidad de cloruros sea tal que al enfriarse el conjunto, lleguen aproximadamente a saturarse, no solo el sulfato amónico separado sino también el cloruro amónico.

6.- Procedimiento para fabricación de dobles sales de sulfatos amónico y alcalinos con estas sales y en caso requerido, también sales que contengan cloruros, mezclas salinas o soluciones, caracterizado en que las soluciones concentradas obtenidas a elevada temperatura, se agitarán durante la refrigeración o enfriamiento, provocándose este mediante adelgazamiento con lechuzas madres frías y en que en caso requerido, bajo adición de cloruros, después de separación de la doble sal, se saturan aproximadamente de sulfato alcalino y cloruro amónico.

7.- Procedimiento para reducir o disminuir el ácido sulfúrico contenido en las lechuzas obtenidas según las reivindicaciones 4 - 6, para someterlas a la obtención de cloruros y disminuir la proporción de alcali contenido en dichas lechuzas para obtener las sales amónicas, caracterizado en agitar las lechuzas con un exceso de cloruro alcalino y otro de sulfato amónico así como la cantidad necesaria de gipso o yeso, dando lugar a la formación de las dobles sales sulfato cálcico y alcalino, singenita o glau-



berita y en que en caso deseado se aumenta el rendimiento de estas dobles sales mediante adición de cantidades equivalentes de sulfato amónico, sulfato alcalino con gipso o sea yeso.

8.- Procedimiento para fabricar sulfatos alcalinos y amónico o sus sales dobles.- Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva.

Consta esta memoria de catorce páginas foliadas y escritas por una sola cara.

Madrid, 30 de Octubre de 1925.

Leocadio López y López

P.P.