

15 MAR 1926

PROPIEDAD INDUSTRIAL

97271  
MUNAR Y GUITART

SOCIEDAD EN COMANDITA

DIRECTORES:

MIGUEL MUNAR CONA  
INGENIERO

II

BENITO GUITART TRULLS  
ARQUITECTO

OFICINAS:

*Calle de Diego de León, 6. - Teléfono S-52*

MADRID

PATENTE DE INVENCION

POR VEINTE AÑOS

A FAVOR DE

los Sres. D. Jorge Tabourin y D. Jorge Braeg ---

RESIDENTES EN

Barcelona, San Andrés, 59, y en Gante (Bélgica), rue Lonque des  
Violettes, 10--

POR

• PROCEDIMIENTO DE FABRICACION DEL ALUMINATO Y SUS DERIVADOS  
POR LOS CIANUROS ALCALINOS, CIANAMIDAS Y SUS HIDRAUTIZACIONES •

REGISTRADO

EN EL NEGOCIADO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

En el libro ..... folio ..... número .....

NOTAS: Las anualidades sucesivas deberán pagarse antes del ..... de ..... de cada año.

La práctica del objeto de la Patente deberá hacerse antes del ..... de ..... de 19 .....



MEMORIA DESCRIPTIVA de una solicitud de patente de INVENCION por veinte años, por "PROCEDIMIENTO DE FABRICACION DEL AMONIA- CO Y SUS DERIVADOS POR LOS CIANUROS ALCALINOS, CIANAMIDAS Y SUS HIDRAULIZACIONES", a favor de los Sres. D. Jorge Tabourin y D. Jorge Bracq, residentes en Barcelona, calle de S. Andrés, Nº 59 y en Gante (Bélgica), Rue Longue des Violettes, Nº 10, respectivamente.

---

En los procedimientos de fabricación del amoniaco por hidraulización de los cianuros alcalinos o cianamidas, se empieza por producir estos últimos por nitrogenación de mezclas alcalinas, en general carbonato de sosa, con carbon, el todo molido muy fino y mezclado con catalizadores como el hierro, sus óxidos y sales halógenos de metales alcalinos, como en el caso de cianamidas. Esta primera fase de las operaciones se hace dentro de retortas tubulares verticales metálicas, colocadas dentro de cámaras calentadas por gases calientes producidos por quemadores de gases. En estas condiciones la mezcla cianurable introducida dentro de las retortas al estado de aglomerados y sometida a temperaturas de unos 1.000 grados centígrados, se cianura relativamente lentamente bajo la corriente de nitrógeno mandado, bajo presión atmosférica, a través de la masa calentada, esta cianuración no alcanza más en general sino solo unos 25 % del peso total sometido a cianuración, la cual es lenta en razón de las maniobras de carga y descarga de las retortas y cargas de las retortas de hidraulización, lenta también si se desea hidraulizar dentro de las mismas retortas de cianuración, pues en este caso es preciso esperar para hacer bajar la temperatura de la mezcla antes inyectar el vapor recalentado y no alcanzar nunca la temperatura de descomposición del amoniaco. Los productos se pegan a las paredes de todas maneras y las operaciones de vaciar se vuelven laboriosas y largas. La entrada del nitró-



geno y del vapor de agua, haciéndose alternativamente por la parte inferior de las retortas, estas últimas deben hacer junta estanca sobre las bases fijas colocadas dentro de la zona de fuego, de esto resultan grandes complicaciones y dificultades cuando el reemplazo o sustitución de los tubos retortas. Además de esto, esta parte inferior de las retortas presenta siempre una altura importante de productos no sometidos a las temperaturas debidas, o sea zona inerte o nociva para el caso de retortas de funcionamiento continuo, en razón de la introducción de gases que puedan contener óxido de carbono el cual se transforma entonces en anhídrido carbónico.

Para remediar estos inconvenientes y de conformidad con la presente invención, no se carga directamente las retortas con los aglomerados, sino unos cestos tubulares o cargadores, introducidos verticalmente dentro de los tubos retortas, estos últimos pueden ser tapados en su parte inferior colocada en la zona de fuego y de este modo se puede hacer entrar el gas nitrógeno o el gas que lo contenga, así como alternativamente el vapor de agua recalentado, por la parte superior de las retortas. En lo que se refiere al nitrógeno, estas disposiciones permiten calentarlo hasta alta temperatura antes de su entrada en contacto con los aglomerados, esto en razón de su circulación desde arriba hasta abajo de las retortas, circulando entre la pared interior de la retorta y la pared exterior del cesto tubular lleva aglomerado, cuyos orificios o agujeros practicados en su parte inferior, obligan al gas nitrógeno o al vapor de agua a circular dentro de la zona anular así formada, para entrar dentro del tubo-cesto por su parte inferior.

Esta disposición por empleo de tubos-cestos o cargadores de aglomerados, permite el empleo de retortas tapadas en la parte inferior y semejantes al fin y al cabo a grandes tubos de ensayos pruebas.

Esta disposición suprime las juntas inferiores y como



consecuencia permite el empleo de gas nitrógeno o gas que lo contenga, así como el empleo de vapor de agua recalentada, el todo bajo presión, como es costumbre en el caso de la fabricación de la cianamida cálcica, lo que aumenta de modo notable la rapidez de las operaciones. La ausencia de juntas en la parte inferior de las retortas tubulares, o sea en la zona de fuego, permite emplear presiones de gas o vapores que pueden alcanzar sin inconveniente alguno hasta tres atmósferas el metal de las retortas, siendo uno de las aleaciones conocidas para resistir a presiones bajo altas temperaturas oxidantes, como las aleaciones con cromo o níquel (acero cromado o al níquel) o ferro-cemento.

El hecho de poder hacer uso de presiones moderadas para el gas de nitrogenación y para el vapor de hidraulización, ha creado condiciones semejantes a las de la fabricación de la cianamida cálcica, por lo tanto facilita una más rápida cianuración y una más rápida hidraulización en amoníaco, con más motivo que, lo mismo que para las cianamidas cálcicas, el catalizador halógeno está añadido, bajo la forma de cloruro de calcio o de sodio o bien de fluoruro de calcio o fluoruro de sodio.

En particular la adición de cloruro de sodio en la mezcla al lado del hierro u óxido de hierro, permite obtener, caso de hidraulizar directamente dentro de la misma retorta y a alta temperatura, el clorhidrato de amoníaco, el ácido clorhídrico siendo producido en este caso por la acción del vapor de agua recalentado sobre la sal común o cloruro de sodio contenido en la mezcla aglomerada y descompuesto por el vapor de agua para dar el ácido y dejar la sosa para regeneración de las pérdidas de alcali.

Los susodichos tubos-cestos o cargadores van llenados con los aglomerados formados en general con carbonato de sosa u otro sal alcalino, íntimamente mezclado y malaxado con carbón pulverulento, molido finamente o mejor reducido al estado co-



loldal, por molinos actualmente conocidos y existentes para esta operación. La fina molturación o mejor el estado coloidal del carbón siendo muy importante para la preparación de los aglomerados y su íntima mezcla entre sus constituyentes o componentes y sus catalizadores, en los cuales ha de figurar siempre el hierro finamente dividido o mejor todavía bajo la forma de sus óxidos mezclados ellos mismos con el cloruro de sodio.

Estos aglomerados se obtienen según una de las maneras conocidas o por machacado, granulación y psecación de masas compactas obtenidas por mezclas y procedimiento húmedo.

Los tubos-cestos o cargadores tubulares una vez llenados se introducen dentro de los tubos retortas, la cabeza de los tubos cestos o cargadores saliendo al exterior lo que permite recoger los gases procedentes de las destilaciones o reducciones, gases ricos en óxido de carbono u otros gases combustibles, los cuales se recojen por conexión con un colector general de gases y mezclados con gases de gasógeno, sirven para la calefacción de los hornos, calderas y recalentadores de vapor.

El gas nitrógeno o gases que lo contenga, o bien el vapor de agua recalentado, entran en su tiempo directamente dentro de las retortas por una tubuladura colocada en la parte alta de cada retorta fija. La tubuladura de salida de los gases residuarios combustibles está colocada sobre la cabeza de cada tubo cesto o cargador y está acoplada con junta y unión rápida con el colector de salida de los gases.

Los aglomerados se hacen como dicho más arriba, pero para aumentar la porosidad, se puede ventajosamente añadir a la mezcla una materia combustible dejando por destilación de sus elementos volátiles una masa porosa, facilitando la nitrógenación o hidraulización en razón de mayor permeabilidad bajo la acción del nitrógeno bajo presión o del vapor de agua igualmente bajo presión. Para escojer esta materia se puede tomar



indistintamente el serrín de madera o hacer uso como carbón de la hulla sometida a la misma molturación, pero dejando por destilación un cok permeable y por lo tanto una porosidad en la masa para cianurar o hidraulizar para después; o bien materias vegetales, como plantas barrilleras, dejando por carbonización en la masa, un carbón sódico de mucha actividad para fijar el nitrógeno.

El hecho de emplear tubos cestos o cargadores para cargar las retortas, permite no tan solo lo dicho más arriba, si que también en particular, retirar estos cargadores, una vez el contenido cianurado o cianamidado y, seguidamente, sin perder calórico, meterlos nuevamente dentro de otras retortas tubulares semejantes en todo con las primeras retortas, pero estas últimas sometidas a temperatura mas baja y destinadas especialmente a producir dentro de ellas, la hidraulización por medio de vapor recalentado con objeto de obtener el amoniaco sin que se forme clorhidrato de amoniaco. En efecto, la hidraulización directa alrededor de unos 1.000 grados centígrados no permite la obtención del amoniaco; en cambio los tubos cestos o cargadores una vez colocados dentro de la segunda serie de retortas, hasta sin que sea preciso calentarlas, por el propio calórico contenido en la masa y bajo la acción del vapor recalentado, permiten obtener el amoniaco que se recoje a la salida de la tubuladura de los tubos - cestos o cargadores, los cuales se han en este caso conectado con la cañería general de vapores amoniacales. Así es que se puede hidraulizar de dos maneras la masa contenida dentro de los tubos cestos o cargadores, una vez dicha masa cianurada, es decir, bien sea por hidraulización directa bajo alta temperatura, dentro de las mismas retortas de cianuración, para obtener como dicho más arriba el clorhidrato de amoniaco, o bien sea por traslado y colocación de dichos tubos cestos o cargadores dentro de otra serie de retortas semejantes y vecinas, retortas calentadas o no, para producir dentro de



estas últimas la hidraulización por el vapor de agua bajo una temperatura mas baja y evitar la descomposición del amoniaco producido y la formación simultánea de ácido clorhídrico.

En los dos casos después de la hidraulización, se recoje el contenido de los tubos cestos o cargadores para aprovechar los alcalis, sales halógenos, y carbón no transformado o no utilizado. Se añade a estos residuos los elementos que faltan y se fabrica luego nuevas mezclas o aglomerados con estos elementos en vista de nuevas cargas. Muchas veces por las hidraulizaciones y por las reconstituciones de las materias primas, se puede efectuar dos o tres cianuraciones e hidraulizaciones sucesivas sin necesidad de volver a cargar los tubos cestos o cargaderos.

Para fijar las ideas y a título de ejemplo, el dibujo adjunto representa el corte transversal y vertical de un horno de cianuración e hidraulización, en el caso de dos cámaras de calefacción, la una de alta temperatura, calentada directamente por los gases calientes de la cámara de combustión, y la segunda cámara de calefacción a más baja temperatura y destinada para recibir los tubos cestos o cargadores en vista de la hidraulización; esta segunda cámara de calefacción siendo calentada o no, pero en el caso de ser calentada, así como indicado en el dibujo adjunto, esta calefacción se hace por medio de los gases calientes que salen de la primera cámara de calefacción.

En el dibujo, 1 representa una retorta tubular vertical tapada en la parte inferior por un fondo 2, y colocada dentro de una cámara de calefacción 3, calentada por los gases calientes subiendo desde abajo hasta arriba, según las flechas y procedentes de la cámara central de combustión 4, esta última estando en comunicación con la cámara de calefacción 3, por los corredores 5, situados en la parte baja de dichas cámaras y en todas sus longitudes, formando una serie de agujeros



con bóvedas.

Los gases calientes suben alrededor de las retortas 1, para salir arriba por los corredores 6, pasar luego por la chimenea o corredor horizontal 7, que dá la vuelta al horno como si fuera una cornisa, para llegar por fin dentro de la segunda cámara o parte del horno, es decir, la cámara de calefacción de baja temperatura o cámara 9, adonde los gases de la chimenea o corredor horizontal 7, llegan por los corredores 8.

En esta segunda cámara de calefacción 9, van metidas las retortas 10, semejantes a las retortas 1, pero sometidas a temperaturas más moderadas; los gases calientes bajan en este caso envolviendo las retortas 10, para salir por fin por los corredores 11 y pasar luego por la chimenea horizontal 12, y servir todavía para calefacciones secundarias o destilaciones carbonizaciones aglomerados, antes de sus evacuaciones.

En las retortas 1, así como en las retortas 10, van metidos al interior los tubos cestos o cargadores 13, cuyas cabezas 14 hacen juntas sobre las platinas exteriores de las retortas 1, y 10, el enchufe haciéndose por medio de platinas provistas de tornillos amovibles o de quita y pon o de cualquiera otra manera o sistema de cierre rápido.

Estos cargadores 13, en los cuales se colocan las mezclas carbonizadas o aglomeradas para cianurar e hidraulizar, van agujereados en sus partes inferiores o bien van provistos de parrillas amovibles 15, que se sujetan con los cargadores por enchufe de bayoneta o de cualquiera otra manera, o bien se apoyan o se sujetan sobre una valona o espesor que lleva la base de cada cargador o tubo cesto 13. Estas parrillas 15 tienen por objeto sostener la carga interior, facilitar el vaciar y también el relleno de dichos cargadores y además de esto, permitir al gas nitrógeno o vapor de agua de pasar al interior de dichos tubos cestos o cargadores. En las retortas 1, en efecto, el gas nitrógeno o el gas de gasógeno que lo



contenga y depurado del todo del ácido carbónico, llega a la parte alta de las retortas 1, por la tubuladura 16 y la cañería 17, a la que va enchufado por un enlace. Este gas nitrógeno o de gasógeno baja desde arriba hasta la parte inferior de la retorta 1, siguiendo el espacio anular comprendido entre la retorta 1 y su cargador 13, de manera a calentarse al contacto de las paredes de la retorta antes de llegar abajo y entrar al interior de los tubos cestos o cargadores 13, por los orificios practicados en la parte baja de los cargadores o por las parrillas 15, que soportan los aglomerados o mezclas carbonizadas para cianurar. Este gas nitrógeno puede ser mandado bajo presión, en razón de la construcción de las retortas que no tienen junta alguna sometida a zonas de alta temperatura. Este nitrógeno bajo presión o gas de gasógeno algo comprimido, sube entonces a través de las masas cianurables calentadas, cianura estas masas y sale por fin en la parte alta de estos tubos cestos o cargadores 13, por las tubuladuras 18 conectadas con la cañería 19, mediante enlace de rápido acoplamiento. Durante la cianuración, el gas nitrógeno o de gasógeno se fija y el desprendimiento de gases a la salida es cada vez mas cargado con óxido de carbono y otros gases de destilación, los cuales se recojen por el colector o cañería 19 para mezclarlos con los gases de los gasógenos de calefacción de la cámara 4, para alimentar los quemadores 20 ó los de las calderas de vapor o de carbonizar o secar los aglomerados.

Estos tubos cestos o cargadores van llenados con las mezclas cianurables, así como dicho más arriba, las cuales van intimamente mezcladas con los catalizadores, hierro o sus óxidos y cloruros o fluoruros de calcio o de sodio. La temperatura de calefacción de la cámara 3, es tal que los aglomerados o mezclas carbonizadas cianurables sufren una temperatura de unos 900 a 950 grados centígrados. Una vez la cianuración terminada, se aísla la retorta correspondiente y su cargador, luego se cuelga este cargador por medio de su gancho 21, a



la grúa o puente corredizo (el gancho 21 forma tapón sobre el tubo de salida de gases y se puede por este tubo, quitando aquél tapón, introducir un pirómetro para evaluar la temperatura exacta interior del cargador y mezcla), se traslada luego el cargador lleno y candente y se le introduce dentro de una de las retortas vecinas 10, de baja temperatura, mientras tanto se introduce un nuevo tubo cargador nuevamente llenado con mezclas frescas o aglomerados dentro de la retorta 1, que se acaba de vaciar.

El tubo cesto o cargador 13 una vez introducido candente dentro de una retorta 10, se conecta por su tubulura 18 con el colector o cañería de amoníaco 22, mediante enlace que llevan de una y otra parte, la retorta 10 está ya conectada con la cañería de vapor 23, una vez hechas las juntas, se hace entrar el vapor recalentado dentro de dicha retorta 10, este vapor recalentado baja, como en el caso del nitrógeno en la retorta anterior, circulando dentro del espacio anular comprendido o situado entre la retorta 10 y el cargador 13, luego llega dentro del interior del tubo cesto o cargador 13, pasando por los agujeros inferiores de dicho cargador o por las parrillas 15. Este vapor sube entonces al través de la masa de aglomerados o mezclas cianuradas, en la misma forma que cuando el nitrógeno en la fase anterior de la operación. La hidraulización de cianuro contenido en la masa de briquetas o aglomerados, mezclas carbonizadas cianuradas o cianamidas, se efectúa y los vapores amoniacales se forman, suben y por fin salen junto con los gases combustibles que resultan de las reacciones correspondientes y conocidas de la hidraulización de cianuros.

Estos vapores amoniacales y los gases pasan por la cañería 22 y van a los condensadores o aparatos de fijación, los gases combustibles continúan su camino para servir para las calefacciones junto con los de las retortas de cianuración 1,



El servicio es por lo tanto continuo por traspaso de los tubos cestos o cargadores 13, desde las retortas 1 hasta dentro de las retortas vecinas 10.

== N O T A ==

La patente de invención por veinte años que se solicita es propia y nueva; debiendo recaer sobre las reivindicaciones o partes principales de la invención siguientes (y bajo el beneficio de la Convención internacional, en prioridad de la correspondiente patente belga Nº 324.498 de fecha 20 de Marzo de 1925) :

1.- En todos los procedimientos de fabricación del amoníaco y sus derivados, por cianuración e hidraulización de mezclas alcalinas o carbonatos alcalinos íntimamente mezclados con carbón finamente molido con sus catalizadores correspondientes, el empleo de juegos de retortas tubulares verticales o inclinadas, tapadas en la parte inferior, que se parecen con grandes tubos de ensayos, y colocadas dentro de dos cámaras de calefacción separadas y sometidas a temperaturas diferentes, con objeto de que los productos para cianurar o para cianurar e hidraulizar, colocados dentro de tubos cestos o cargadores amovibles, puedan ser traspasados rápidamente y candentes, sin vaciar los cargadores, desde una retorta de alta temperatura para cianuración o cianamidación, hasta dentro de otra retorta de baja temperatura para hidraulización. Estos tubos cestos o cargadores se meten dentro del interior de las retortas tubulares, dejando un espacio anular entre retorta y cargador, de manera que el gas nitrógeno en las unas o el vapor de agua recalentado en las otras, los cuales entran en las retortas por sus partes o cabezas superiores, bajen desde arriba hasta abajo, circulando dentro de dichos espacios anulares, para llegar en la parte baja de las retortas y entrar al interior de los cargadores por los orificios o agujeros que dichos cargadores llevan en sus partes inferio-



12

res o por las parrillas agujereadas que llevan estos cargadores como fondos destinados a soportar o sostener los productos carbonizados o aglomerados para nitrogenar o hidraulizar en la sucesivo. Estos cargadores forman de otra parte tapas con junta sobre las platinas exteriores de las retortas tubulares. La entrada del gas nitrógeno o de gasógeno en las unas y la entrada del vapor de agua recalentado en las otras, se hace por tubuladuras y enlaces de conexión con sus cañerías correspondientes, estas tubuladuras llegan a la parte alta de las retortas por las cabezas exteriores. La salida de los gases combustibles y vapores amoniacales haciéndose por las tubuladuras y enlaces colocados sobre los sombreros o tapas de los cargadores en sus partes exteriores, el todo con objeto de poder facilmente y rápidamente quitar, colocar o traspasar, desde una retorta hasta dentro de otra retorta, los cargadores y sus contenidos, sin tener por esto junta alguna en la zona de fuego y poder además de esto trabajar bajo presión y calentar los gases o vapores antes de su entrada dentro de la masa de productos para cianurar o para cianurar e hidraulizar.

2.- En combinación con la reivindicación 1, el empleo de retortas tubulares de fundición o hierro cromado o aleación con níquel o cualquier otro metal o ferro-cemento, con objeto de resistir a la acción oxidante de la atmósfera de las cámaras de calefacción y poder de otra parte resistir a las presiones interiores del gas nitrógeno comprimido o del gas de gasógeno igualmente comprimido o del vapor de agua recalentado y también bajo presión.

3.- En combinación con las reivindicaciones 1 y 2, el empleo de gas nitrógeno o gas de gasógeno bajo presión y de vapor de agua recalentado igualmente bajo presión, para acelerar recíprocamente la duración de las cianuraciones, cianamidaciones e hidraulizaciones consecutivas.

4.- En combinación con las reivindicaciones 1 a 3, el empleo



de mezclas cianurables e hidraulizables en los sucesivo, constituidas con alcalis o carbonatos alcalinos, en particular carbonato de sosa o sosa Solvay, intimamente mezclados con carbón finamente molido y en particular puesto bajo la forma coloidal por medios actualmente conocidos, el todo con objeto de obtener una mezcla mas perfecta con la sosa y los catalizadores habituales igualmente finamente divididos, como el hierro o sus óxidos y las sales halógenos, cloruros o fluoruros de calcio o de sosa, como generalmente empleado en la fabricación de la cianamida cálcica.

5.- En combinación con las reivindicaciones 1 a 4, el empleo para llenar los cargadores, de aglomerados de sosa, carbón, óxido de hierro y cloruro de sodio, el todo pasado por el molino coloidal, luego mojado, secado y una vez cuajado en masa, sin dejar enfriar, machacados, granulados y secados antes de llenar los cargadores.

6.- En combinación con las reivindicaciones 1 a 4, el empleo como carbón de la hulla de poca ceniza o de vegetales de ceniza sódica, pero produciendo bastantes gases para que los aglomerados resultantes durante el primer periodo de calefacción o carbonización, produzcan una destilación tal que la masa de dichos aglomerados quede porosa y de fácil penetración al nitrógeno durante el periodo de cianuración, lo mismo que al vapor de agua durante el periodo de hidraulización consecutivo.

7.- En combinación con las reivindicaciones 1, 2, 3, 4 y 6, el empleo en las mezclas que deben formar los aglomerados para llenar los cargadores, de una materia tal que, por el calor, pueda destilar gases los cuales por su paso a través de la masa de mezclas en cokificación o carbonización, dejen poros suficientes para una más fácil penetración del gas nitrógeno, como por ejemplo la leña, serrin de madera, materias vegetales, como plantas barrilleras o cualquier otro producto destilable



dejando poca ceniza pero mas bien un carbón como residuo en particular un carbón sódico como el de las plantas barrilleras de mucha actividad para absorber el nitrógeno en los aglomerados resultantes.

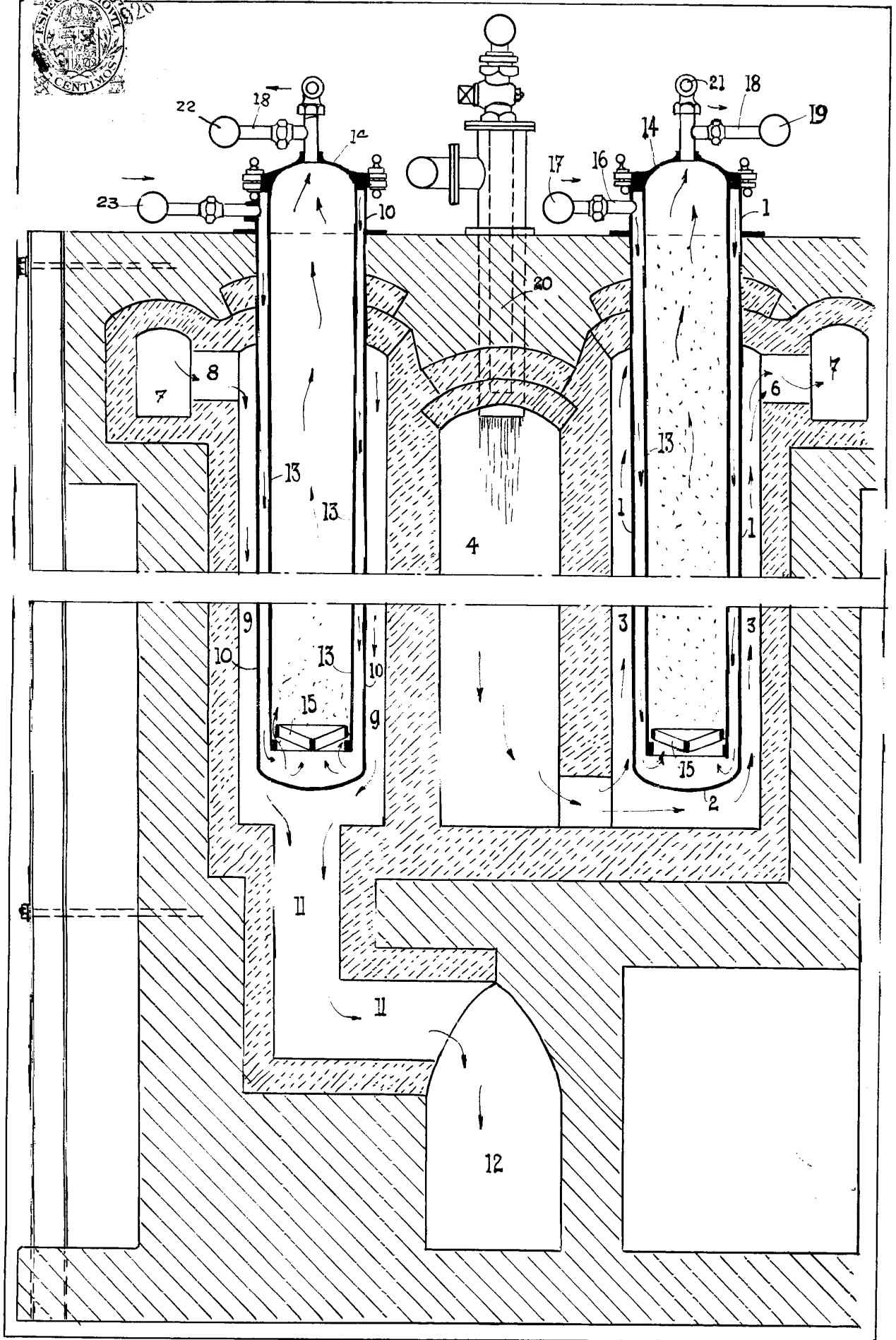
8.- En combinación con las reivindicaciones 1 a 7, la adición de cloruro de sodio en las masas para cianurar o para cianamidas, no tan solo como catalizador suplementario junto con los óxidos de hierro, si que también para producir ácido clorhídrico, caso de hidraulizar bajo alta temperatura dentro de las mismas retortas de cianuración, esto en razon de la descomposición del cloruro de sodio por el vapor de agua recalentado, descomposición que constituye la sosa de una parte y de el ácido clorhídrico de otra parte, el cual se fija sobre el amoniaco formado de su lado simultáneamente por hidraulización del cianuro evitando así la reversibilidad de la reacción de descomposición del cloruro de sodio, al propio tiempo que dá como producto final el clorhidrato de amoniaco que se recoge por sublimación o cualquier otro medio conocido.

9.- Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 8, ejecutadas parcialmente o en su conjunto, tales como disposiciones especiales y combinaciones nuevas de medios conocidos, y tal como resulta de lo descrito en la presente memoria y dibujo adjunto.

10.- Esta patente de invención tiene por objeto "PROCEDIMIENTO DE FABRICACION DEL AMONIACO Y SUS DERIVADOS POR LOS CIANUROS ALCALINOS, CIANAMIDAS Y SUS HIDRAULIZACIONES", según se describe en la presente memoria y planos adjuntos.

Esta memoria consta de trece hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid 15 de Marzo de 1926.



scala variabile

Antonio J. J. J.