



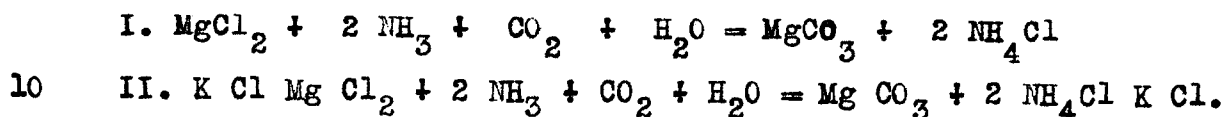
C/L.

MEMORIA DESCRIPTIVA

para una patente de invención, por veinte años, por: " Procedimiento para la preparación de abonos compuestos " a favor del Professor Dr. Hubert K A P P E N, residente en Bonn a. Rh.- (Alemania) Coburgerstrasse, 15.-

=====
=====

Es conocido el procedimiento de tratar las sales de magnesio como el cloruro o sulfato de magnesio, y también las sales potásicas que contienen sales de magnesio, como la carnalita, kainita y otras en disolución acuosa con amoníaco y anhídrido carbónico y transformarlas así en mezclas de sales de amoníaco o sales potásicas y de amoníaco con carbonato de magnesio. Los procesos químicos que se realizan entonces se exponen por ejemplo mediante las siguientes ecuaciones:



Este procedimiento, sin embargo tiene el inconvenien-



te de que las sales de amonio o las mezclas de sales potásicas y de amonio se obtienen primeramente en disoluciones en las que se suspende el carbonato sólido de magnesio. Para obtener de ellas abonos esparcibles se debe evaporar el agua de estas mezclas, pero el procedimiento se encarece por ello tanto que resulta antieconómico. Además, se presenta el ulterior inconveniente que al evaporar, el carbonato de magnesio actúa sobre la sal de amonio en el sentido de la ecuación:



proceso químico que nos había llevado a la formación de la mezcla o sea, por tanto, que es reversible. La consecuencia de esto es que el producto definitivo del procedimiento contiene menos sal amoniaco de la que podría contener con la transformación completa en el sentido de las ecuaciones I y II. Por consiguiente el poder de fijación de la sal de magnesio para el amoniaco no se puede aprovechar totalmente sirviéndose de disoluciones según el método conocido.

Lo mismo ocurre con otro procedimiento conocido. En efecto, ya se ha propuesto el obtener amoniaco de la orina y de otros líquidos y también de gases como los de los altos hornos y de los hornos de coque haciendo pasar los vapores o gases a través de capas de sulfato cálcico poroso o de mezclas del mismo con fosfato de cal o fosfato de hierro y también a través de cloruro de calcio poroso, por sales dobles de cloruro de calcio y de cloruro potásico o por sales dobles de cloruro de magnesio y cloruro potásico, colocados sobre placas perforadas. Los gases o vapores que contienen amoniaco y que se pueden mezclar con aire o anhídrido carbónico deben entonces ceder su amoniaco a las sales que luego se pueden seguir tratando en amoniaco o sales amoniacales o también emplearse directamente como abonos. Pero tampoco este procedimiento conduce más que a una transformación parcial de las sales utilizadas para la absorción del amoniaco. El poder de fijación de las sales para el amoniaco se aprovecha por tanto muy incompletamente con este pro



cedimiento.

En contraposición a los métodos conocidos el objeto del presente invento consiste en evitar la formación de disoluciones acuosas y por tanto la necesidad de una evaporación del agua realizada a propósito y a pesar de ello conseguir aprovechar lo más completamente posible el poder de fijación de las sales de magnesio y de las sales potásicas que las contienen, para el amoniaco. Según las investigaciones del inventor este objeto se consigue empleando las indicadas sales en forma sólida y en estado de fina molienda y además los gases necesarios para su transformación, el amoniaco y el anhídrido carbónico o los vapores o mezclas gaseosas que contienen estas substancias, haciéndolos actuar en exceso sobre las sales. Este tratamiento de las sales con un exceso de amoniaco y anhídrido carbónico, o sea con una cantidad de estos gases tan grande que supere bastante la facultad de fijación de las mismas sales, conduce a que éstas mismas fijen un exceso de amoniaco o de carbonato amónico. Este amoniaco o carbonato amónico fijado en exceso hace que los productos de la reacción huelan tan fuertemente a amoniaco y desprendan tanta cantidad de éste que al principio no pueden utilizarse como abonos. Para que los productos de la reacción puedan emplearse como abonos se debe expulsar de ellos inmediatamente el amoniaco o carbonato amónico fijado en exceso. Esto puede hacerse extendiendo al aire en capas delgadas y durante largo tiempo los productos de la reacción sobre amoniacados, con lo cual se evapora el amoniaco fijado en exceso. La evaporación de este amoniaco se puede también acelerar calentando el producto de la reacción o tratándolo con una corriente gaseosa calentada, pudiéndose emplear temperaturas hasta 100° C sin tener que temer que descomponga el carbonato de magnesio las sales amoniacales, o que la reacción de formación sea reversible en el sentido de la ecuación III. El amoniaco o carbonato amónico expulsado por uno u otro método de los productos sobre amoniacados, se puede tornar al ser-



1933

vicio para un nuevo empleo y naturalmente que sirve también para la mezcla de amoniaco y anhídrido carbónico empleada con exceso y que no se fija por las sales. Con preferencia se procede de manera que este gas amoniacal expulsado, o el empleado en exceso se haga actuar sobre nuevas cantidades de sal todavía de gran poder de fijación. Estas cantidades nuevas de sal fijan el amoniaco completamente y permiten trabajar sin ninguna pérdida. Si han perdido ya algo su poder de absorción, entonces estas cantidades salinas se someten al tratamiento con amoniaco y anhídrido carbónico en exceso. Por consiguiente en el procedimiento del presente invento se trabaja preferentemente con dos aparatos provistos de tubos de admisión y escape para los gases. Mientras que en uno de estos aparatos se realiza el tratamiento de la sal con gases en exceso, la sal existente en el otro aparato sirve para fijar completamente el amoniaco no consumido que sale del primero. Si en el primer aparato se consigue la sobreamonización, entonces la sal se trata en el segundo aparato con amoniaco y anhídrido carbónico en exceso y el primer aparato, que entretanto se carga con sal nueva, sirve ahora como aparato de absorción para el amoniaco que no se ha consumido en el segundo aparato. De esta forma, los dos aparatos se utilizan alternativamente como aparato de reacción y como aparato de absorción.

Ejemplo de ejecución - 1:

100 g. de cloruro de magnesio $Mg Cl_2 \cdot 6 H_2O$, cristalizado y triturado finamente se extienden en un tubo en una capa de espesor de 1-2 cm, y se tratan con amoniaco y anhídrido carbónico que se toman de tubos con gases liquidados y que antes de entrar en el tubo de reacción se hacen pasar por frascos lavadores con agua para controlar la velocidad de su corriente. La reacción entre la sal y la mezcla gaseosa se realiza con aumento manifiesto de temperatura. Después que en el decurso de varias horas ha desaparecido el calor de reacción, el producto de ésta, que está casi completamente



seco, se expulsa del tubo. Dicho producto huele fuertemente a amoniac. Para eliminar este amoniac fijado en exceso, el producto de la reacción se tritura y se extiende al aire en capa delgada durante 48 horas. En su análisis realizado entonces se comprueba que tiene un contenido de nitrógeno amoniacal de 14,3 %. Por consiguiente, perdiendo por completo el agua de cristalización se ha realizado una transformación tan completa como total del cloruro de magnesio en una mezcla de carbonato de magnesio y cloruro de amonio.

5

Ejemplo 2:

10

100 g. de sulfato de magnesio finamente molido, $Mg SO_4 \cdot 7 H_2O$, se tratan con amoniac y anhídrido carbónico en exceso en la misma forma que en el ejemplo 1. Del producto de reacción tomado del tubo se analiza inmediatamente una prueba respecto a su contenido en nitrógeno amoniacal. Contiene 15,1 %, o sea considerablemente más que debería contener según la teoría transformándose totalmente en carbonato de magnesio y sulfato de amonio. El producto de la reacción huele también fuertemente a amoniac fijado en exceso. Para privarlo de éste se tritura finamente y se extiende al aire en capa delgada durante 48 horas. A continuación, se vuelve a analizar y se obtiene un contenido de nitrógeno amoniacal de 12,8 %, que corresponde muy bien al contenido teórico posible de 12,9 %.

15

20

Ejemplo 3:

100 g. de carnalita finamente molido, $K Cl \cdot Mg Cl_2 \cdot 6 H_2O$, se tratan con amoniac y anhídrido carbónico como en los ejemplos 1 y 2. Después que ha vuelto a desaparecer el calor de reacción, se saca del tubo el producto casi completamente seco. Primeramente cede todavía cantidades considerables del amoniac fijado en exceso. Después que en estado de fina trituración ha estado extendido al aire en capa delgada durante 48 horas, se analiza el producto de

25

30



la reacción. Contiene 10,1 % de nitrógeno amoniacal. La carnalita por tanto perdiendo su agua de cristalización se puede decir que se ha convertido totalmente en una mezcla de carbonato de magnesio, de cloruro de amonio y cloruro potásico.

5 Ejemplo 4:

750 g. de carnalita se extienden en una capa de unos 3 cm. de espesor finamente molida en un tubo de cristal, se tratan con amoniaco y anhídrido carbónico, hasta que el calor de reacción que había ascendido a 65^a, vuelva de nuevo a descender. El producto de la reacción expulsado del tubo, es seco, pero huele fuertemente todavía a amoniaco o carbonato amónico fijados en exceso. Después de estar al aire 48 horas, dicho producto contiene todavía 11,5 % de nitrógeno amoniacal, o sea todavía unos 10 % más de lo que corresponde a la teoría. Este producto se calienta durante 3 horas en estufa secadora a 100^a C. Después se vuelve a analizar y presenta un contenido de nitrógeno amoniacal de 10,08 %, lo que corresponde bien al contenido teóricamente posible.

Como demuestran los ejemplos 1-4 se puede según el procedimiento del presente invento conseguir una transformación prácticamente completa de las sales de magnesio y de las sales potásicas que las contienen bajo el influjo de amoniaco y anhídrido carbónico sin que se empleen disoluciones salinas y sin que se requieran operaciones especiales para evaporar el agua. La reacción que entre las sales y la mezcla gaseosa tiene lugar con relativa lentitud se puede también acelerar considerablemente según las investigaciones del inventor, realizando el tratamiento de las sales con amoniaco y anhídrido carbónico teniendo dichas sales en movimiento. Esta aceleración de la reacción gracias al movimiento de las sales se explica en el siguiente ejemplo.

30 Ejemplo 5:

400 g. de carnalita finamente molida se ponen en un



tambor plano provisto de agitador,

▲ (a) Moviendo el agitador sólo ocasionalmente y otros 400 g. se tratan

5 (b) moviendo constantemente el agitador, con una corriente de amoniaco y anhídrido carbónico. De hora en hora se toma una prueba de la sal y se analiza. Los contenidos de las diversas pruebas en nitrógeno amoniacal fueron los siguientes:

	Tiempo en horas	a) con movimiento ocasional	b) con movimiento continuo
10	1	0,23 % $\text{NH}_3 - \text{N}$	3,47 % $\text{NH}_3 - \text{N}$
	2	1,36 " "	7,54 " "
	3	3,33 " "	9,15 " "
	4	5,65 " "	10,64 " "
	6	8,13 " "	12,45 " "
15	8	9,32 " "	12,73 " "

20 El movimiento de la sal influye por tanto muy favorablemente en la marcha de la fijación del amoniaco. Después de 4 horas la carnalita había alcanzado ya con movimiento continuo el contenido teóricamente posible en nitrógeno amoniacal, mientras que sólo movida ocasionalmente, la fijación del amoniaco fué sólo la mitad. Después de 8 horas dicha carnalita se había sobreamonizado considerablemente con movimiento continuo, mientras que siendo este sólo ocasional todavía no se había alcanzado el contenido teóricamente posible.

25 En el tratamiento con amoniaco y anhídrido carbónico las diversas sales no se comportan por lo demás físicamente en forma completamente equivalente. En efecto, mientras que la carnalita y otras sales de potasio que contienen magnesio, quedan secas y granuladas, tratándose del cloruro de magnesio cristalizado se origina
30 primero una humectación y conglomeración de la sal. Esta conglutinación que impide la marcha de la transformación debida al amoniaco y al anhídrido carbónico, aparece también algunas veces con otras



sales, a saber, cuando se someten a la acción del amoniaco en capas más espesas y cantidades mayores. Para acelerar en estos casos la transformación de las sales bajo el influjo del amoniaco y del anhídrido carbónico, se ha comprobado ser conveniente triturar la masa salina conglomerada y apelotonada y luego seguir sometiéndola al ulterior tratamiento con dichos gases.

Tratándose de sales pobres en agua de cristalización, como la kieserita o el sulfato de magnesio y potasa de secado, o también de otras sales privadas por caldeo de su agua de cristalización, también se retarda la transformación debida al amoniaco y anhídrido carbónico a causa de faltar el agua necesaria para la transformación. Para este caso se ha comprobado ser conveniente incorporar a las sales antes o también durante el tratamiento pequeñas cantidades de agua. Estas pueden ser tan pequeñas que precisamente humedezcan la masa salina sin disolverla. El ejemplo 6 presenta claramente el influjo necesario de esta humectación.

Ejemplo 6:

250 g. de kieserita molida se tratan con amoniaco y anhídrido carbónico en exceso en la forma que se ha descrito en el ejemplo 1. Después de 3 horas de tratamiento el producto de la reacción, como demuestra el análisis de una prueba parcial, sólo contiene 5,1 % de nitrógeno amoniacal. Se tritura por tanto en el mortero, se humedece ligeramente con agua y después se vuelve a tratar con amoniaco y anhídrido carbónico, subiendo su contenido en nitrógeno amoniacal a 8,6 %. Después de repetir 3 veces la trituración y humectación dicho contenido sube finalmente a 15,2 %. Sin adición de agua y con un tratamiento por lo demás igual el contenido de dicho nitrógeno amoniacal sólo subió en otro ensayo a 8,3 %. Finalmente, para acelerar la transformación de las sales con dichos gases se ha comprobado también ser conveniente realizar su tratamiento a una temperatura más elevada. Ciertamente que al fijar el amonio se



5 presenta espontaneamente una elevación de temperatura por el desarrollo de calor inherente a la reacción. Pero este desarrollo térmico se reduce con el tiempo. Ahora bien, si mediante una incorporación artificial de calor se mantiene durante toda la marcha de la reacción una temperatura que puede oscilar entre 50 y 75°, entonces se consigue una marcha más rápida del proceso de transformación, pues además se logra también la ulterior ventaja de que se suprime toda condensación perturbadora de carbonato amónico sólido en la cámara de reacción y en las tuberías de evacuación y trasiego de los aparatos y todavía se logra que la porción de amoniaco y carbonato amónico fijada en exceso por las sales sea menor, de suerte que en ciertas circunstancias no haga falta dejar desprenderse en un proceso especial de fabricación el amoniaco fijado en exceso, o al menos esto pueda abreviarse considerablemente.

15 Al tratar con amoniaco grandes cantidades de sal en capas algo espesas, en especial cuando se trabaja con gas amoniaco y anhídrido carbónico concentrado, se alcanzan por efecto del calor de reacción unas temperaturas en la masa salina, que son desfavorables para la marcha de la reacción en el sentido de las ecuaciones I y II, pero, por el contrario, son necesarias para dicha marcha en el sentido de la reacción III. En este caso hay que procurar enfriar el material de reacción, si se quiere conseguir la transformación completa de la sal por el influjo del amoniaco y el anhídrido carbónico.

25 La evaporación o desprendimiento del amoniaco o carbonato amónico fijados en exceso en una operación separada, puede también evitarse mezclando las sales sobreamoniacadas o moliéndolas con substancias que puedan fijar este exceso. Son substancias adecuadas para esto principalmente los superfosfatos de acción ácida, que pueden obtenerse por ataque con cualesquiera ácidos. Pero también pueden utilizarse para este objeto sales de magnesio o de calcio o sales potásicas que contienen a las anteriores, con muy buen



ENE. 1933

resultado.

5 Si se someten al tratamiento con amoniaco y anhídrido carbónico sales potásicas que contienen sales de magnesio, entonces en ciertas circunstancias conviene mezclar de antemano aquellas sales con superfosfato. Sirviéndose de superfosfatos obtenidos con ácido clorhídrico o nítrico y por lo demás inservibles a causa de su higroscopicidad, se obtienen también abonos mixtos de buena esparcibilidad e inalterabilidad al almacenaje, que contienen las tres sustancias principales de nutrición de las plantas.

10 N O T A.-
 =====

Descrito suficientemente el presente invento lo que se declara como de novedad é invención propia, son las siguientes reivindicaciones:

15 1.- Un procedimiento para la preparación de abonos compuestos con sales de magnesio y sales potásicas que las contienen, caracterizado porque estas sales se tratan en estado sólido con amoniaco y anhídrido carbónico o con mezclas gaseosas que contienen estas sustancias, en exceso, después de lo cual el amoniaco o carbonato amónico fijado en exceso por las sales se hace evaporar y el producto de la reacción se hace todavía dado el caso, esparcible.

20 2.- Una forma de ejecución del procedimiento reivindicado en el punto 1, caracterizada porque la eliminación del amoniaco o carbonato amónico fijados en exceso se realiza extendiendo los productos de la reacción al aire o calentándolos o tratándolos con una corriente gaseosa caliente y el amoniaco o carbonato amónico expulsado del producto de la reacción, se vuelve a conducir al servicio.

25 3.- Una forma de ejecución del procedimiento reivindicado en los puntos 1 y 2, caracterizada porque el tratamiento de las sales con amoniaco y anhídrido carbónico se realiza en dos aparatos,

30



que se utilizan alternativamente como aparato de reacción y como aparato de absorción para la mezcla gaseosa empleada en exceso y para el amoniaco y carbonato amónicos fijados en exceso y expulsados del producto de reacción.

5 4.- Una forma de ejecución del procedimiento reivindicado en los puntos 1 á 3, caracterizada porque el tratamiento de las sales con amoniaco y anhídrido carbónico se realiza moviendo las sales.

10 5.- Una forma de ejecución del procedimiento reivindicado en los puntos 1 á 4, caracterizada porque las sales que al tratarse con amoniaco se conglomeran y apelsonan, se vuelven a triturar antes de continuar el tratamiento.

15 6.- Una forma de ejecución del procedimiento reivindicado en los puntos 1 á 5, caracterizada porque tratándose de sales pobres en agua de cristalización y de sales que por caldeo han perdido total o parcialmente dicha agua, se activa la marcha de la fijación del amoniaco agregando pequeñas cantidades de agua insuficientes para disolver las sales.

20 7.- Una forma de ejecución del procedimiento reivindicado en los puntos 1 á 6, caracterizada porque el tratamiento de las sales se realiza a tal temperatura que la separación de carbonatos amónicos sólidos se evita totalmente o en su mayor parte tanto en la cámara de reacción como también en los tubos de evacuación y de trasiego.

25 8.- Una forma de ejecución del procedimiento reivindicado en los puntos 1 á 6, caracterizada porque enfriando el producto de la reacción se actúa contra las temperaturas demasiado elevadas que se originan al emplear grandes cantidades de sal y gases concentrados (amoniaco y anhídrido carbónico).

30 9.- Una forma de ejecución del procedimiento reivindicado en los puntos 1 á 7, caracterizada porque el amoniaco o carbonato amónico contenido en exceso en los productos de reacción se re-



ENE. 1933

ducen ellos mismos mezclando o moliendo estos productos con substancias que fijan amoniaco, como superfosfatos o con sales de calcio o magnesio o con sales potásicas que contienen sales de magnesio.

5 10.- Una forma de ejecución del procedimiento reivindicado en los puntos 1 á 7, caracterizada porque sirviéndose de sales potásicas que contienen sales de magnesio, el tratamiento con amoniaco y anhídrico carbónico se realiza después que aquellas sales se han mezclado con superfosfatos atacados en la forma que se quiera.

10 11.- Procedimiento para la preparación de abonos compuestos.- Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva.

Consta esta memoria de doce páginas foliadas y escritas á máquina por una sola cara.

Madrid, á 18 de Enero de 1933.-

Leocadio López y López.-

P.P.=