

Patente Española
de Invencción

MEMORIA

descriptiva sobre *"Un procedimiento de fabricación de Sulfato de
Potasio"*

POR

Imperial Chemical Industries Limited

DE

Milbank,

Sandros,

Inglaterra.



PATENTE DE INVENCION.

CASO 1976.

Memoria descriptiva

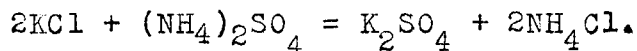
sobre:

"Un procedimiento de fabricación de sulfato de potasio".

Solicitantes: IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED,
residentes en Imperial Chemical House,
Millbank, Londres, Inglaterra.

El presente invento se relaciona con la producción de sulfato de potasio a base de cloruro de potasio mediante la acción recíproca de este último con sulfato de amonio en un medio acuoso, reacción

5. que está basada sobre la ecuación siguiente:



Cualquiera que intente preparar sulfato de potasio de esta manera y emplee las cantidades de KCl y de $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ señaladas en la ecuación, el líquido resultante

10. no proporcionará cristales de sulfato de potasio puro, sino que en su lugar se obtendrá una mezcla de cristales consistente en sulfato de potasio y sulfato de amonio. Se ha averiguado, sin embargo, que se puede obtener sulfato de potasio puro, llevando a cabo la reacción

15. en un número de fases o etapas, de tal manera que se



produzca una cantidad de complejos o compuestos sólidos intermedios consistentes en sulfato de potasio y en sulfato de amonio, los cuales se ván enriqueciendo en sulfato de potasio en fases sucesivas, hasta que se llega a obtener

20. por último sulfato de potasio prácticamente puro.

Con arreglo al presente invento, se crea un procedimiento de fase múltiple para la producción de sulfato de potasio o de una mezcla de cristales de sulfato de potasio y de sulfato de amonio, procedimiento que

25. comprende el hacer reaccionar un exceso de sulfato de amonio con un líquido o solución acuosa que contenga cloruro de potasio a fin de que dé un compuesto sólido intermedio de sulfato de potasio y de sulfato de amonio el separar dicho compuesto o complejo del líquido madre

30. y hacerle reaccionar con una solución acuosa conteniendo cloruro de potasio para que dé un segundo compuesto sólido intermedio de sulfato de potasio y de sulfato de amonio que sea más rico en sulfato de potasio que el primer compuesto. Al decir un exceso de sulfato de

35. amonio queremos dar a entender una cantidad que exceda sensiblemente de la que corresponde a la totalidad del KCl empleada en todas las fases y sobre la base de la antedicha ecuación.

En una forma cíclica del procedimiento que

40. se describe en el párrafo precedente, el compuesto o complejo sólido producido en cada fase, (por ejemplo, la fase r. desde la primera hasta la penúltima), es puesto a reaccionar en la fase siguiente (fase r+1) con el líquido o solución madre producida en la fase inmediata siguiente

45. correspondiente (fase r + 2) de un ciclo anterior, o con



cloruro de potasio y agua en el caso de la fase final.

◆ Los principios fundamentales del procedimiento se podrán apreciar con perfecta claridad por la descripción generalizada siguiente de un proceso de n fases.

50.	<u>Fase.</u>	<u>Reacción.</u>
	n (final)	$KCl + H_2O + \text{Complejo A} = K_2SO_4 + \text{solución A.}$
	n - 1	$\text{Complejo B} + \text{solución A} = \text{Complejo A} + \text{solución B.}$
	n - 2	$\text{Complejo C} + \text{solución B} = \text{Complejo B} + \text{solución C.}$
	2	$\text{Complejo Y} + \text{solución X} = \text{Complejo X} + \text{solución Y.}$
55.	1	$(NH_4)_2SO_4 + \text{solución Y} = \text{Complejo Y} + \text{solución Z.}$

En la fase 1ª el sulfato de amonio reacciona con un líquido o solución Y que contiene un poquito de cloruro de potasio a fin de dar una solución Z que no contendrá prácticamente cloruro de potasio alguno, y un compuesto

60. intermedio sólido Y de sulfato de potasio y de sulfato de amonio. En la segunda fase este compuesto intermedio sólido se enriquece en sulfato de potasio al reaccionar con una segunda solución que contenga cloruro de potasio, (acaso la solución madre procedente de la tercera fase
65. según se explica a continuación con la adición de un poquitito más de cloruro de potasio y agua); el compuesto sólido intermedio obtenido en esta fase se enriquece aun más de una manera análoga hasta que llega a obtener eventualmente un compuesto o complejo intermedio relativamente rico
70. en sulfato de potasio, el cual en la fase final es reaccionado con cloruro de potasio solo, en presencia de agua, para que dé sulfato de potasio y un líquido o solución que contenga cloruro de potasio y cloruro de amonio, y que se ha utilizado en la fase precedente. De esta manera se obtienen compuestos
75. sólidos intermedios cuyo porcentaje en sulfato de potasio



va aumentando progresivamente en un sentido hasta que por uno de los extremos se obtiene sulfato de potasio puro, mientras que en el sentido opuesto las soluciones o líquidos se v \acute{a} n desprendiendo progresivamente de su

80. porcentaje en potasio, hasta que por el extremo opuesto un líquido de un porcentaje de potasio relativamente pobre o escaso, se encuentra con sulfato de amonio.

Con el fin de simplificar la descripción que antecede se ha partido del supuesto de que la totalidad

85. del cloruro de potasio y del agua se a \acute{a} nde en un punto, o sea en la fase final. Si bien cabe la posibilidad de hacer esto, el procedimiento resultante es relativamente ineficaz y por consiguiente en el terreno pr \acute{a} ctico es preferible dividir la totalidad del cloruro de potasio

90. o del agua o ambas cosas, en partes que se a \acute{a} nden a cada fase.

En cambio, ser \acute{a} preferible a \acute{a} adir de una vez todo el sulfato de amonio, o sea en la primera fase, por m \acute{a} s que tambien es posible repartirlo en cantidades en

95. m \acute{a} s de una fase. Asimismo, preferimos emplear un exceso de sulfato de amonio en el procedimiento, sobre el que requiere la ecuaci \acute{o} n $2KCl + (NH_4)_2SO_4 = K_2SO_4 + 2NH_4Cl$ pudi \acute{e} ndose recuperar dicho exceso si se trabaja la soluci \acute{o} n procedente de la primera fase. Esta soluci \acute{o} n se podr \acute{a}

100. trabajar por evaporaci \acute{o} n para que deposite sulfato de amonio, (o una mezcla de cristales de sulfato de potasio y de sulfato de amonio) en caliente, (debiendo utilizarse preferentemente de nuevo los s \acute{o} lidos en el procedimiento), dejando luego enfriar el l \acute{i} quido para separar cloruro de

105. amonio y que quede por \acute{u} ltimo un l \acute{i} quido madre que tendr \acute{a}



- 5 -

la misma composición, si bien menor en cantidad que el líquido o solución original de la primera fase. En el funcionamiento cíclico esta solución residuaria se añade a la de la primera fase del ciclo siguiente antes de que
110. tenga lugar la evaporación y el enfriamiento..

El procedimiento se podrá llevar a cabo a una temperatura cualquiera conveniente, hasta llegar a una temperatura en que el efecto corrosivo de las soluciones $NH + Cl$ se hace apreciable y produce dificultades en lo
115. que respecta al aparato. Si la temperatura se reduce en fases sucesivas, partiendo de la fase en que se emplea sulfato de amonio puro, se verá que el sobrante de sulfato de amonio no necesitará ser tan grande, como asimismo se verá que se podrá añadir menor cantidad de agua en las
120. fases siguientes.

Es altamente recomendable llevar a cabo el procedimiento en tres fases por lo menos. Cuanto mayor sea el número de fases más eficaz será el aprovechamiento de las materias.

125. El cloruro de amonio obtenido en el procedimiento podrá ser convertido en una forma cualquiera conocida, en sulfato de amonio, para nuevos usos.

Si bien la finalidad principal del invento es la producción de sulfato de potasio, desde luego se
130. comprenderá que también puede ser aplicable a la obtención de productos que contengan una proporción cualquiera conveniente de sulfato de amonio y de sulfato de potasio. Estos productos son de un valor especial en razón a lo homogéneo de su naturaleza, estando su producción comprendida
135. dentro del alcance del presente invento.

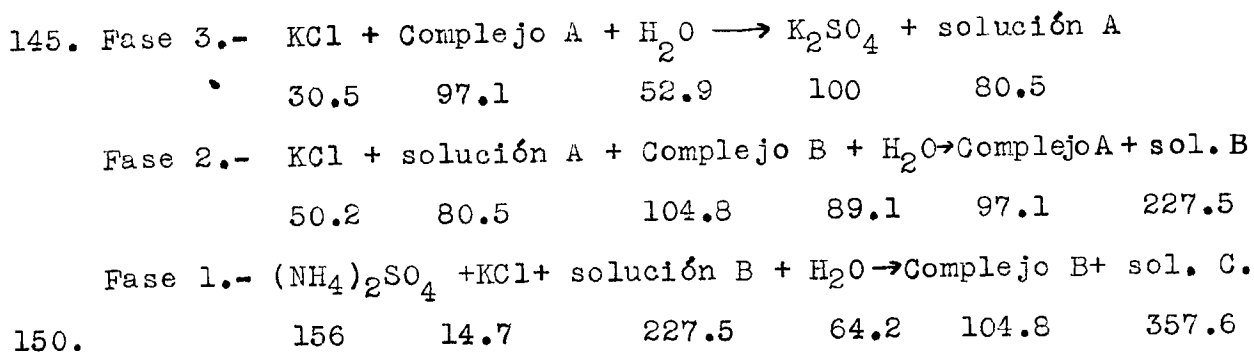


Damos a continuación algunos ejemplos que son demostrativos del procedimiento. En estos ejemplos se parte del supuesto de que los sólidos se obtienen libres de la solución madre.

Las cifras que aparecen por debajo de los reaccionantes y de los resultantes en las ecuaciones son partes expresadas en peso.

EJEMPLO 1.-

El procedimiento se lleva a cabo en tres fases y a 30° C en cada una de ellas, como sigue:



Las composiciones aproximadas de los compuestos o complejos intermedios y soluciones, (expresadas en gramos por 100 gramos) son:

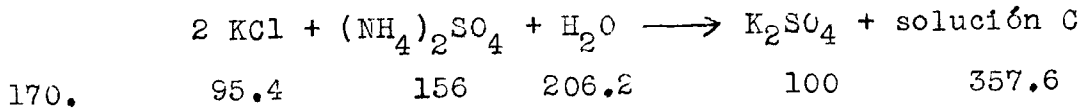
	<u>Complejo A.</u>	<u>Complejo B.</u>	<u>Solución A.</u>	<u>Solución B.</u>	<u>Solución C.</u>
155. K_2	35.1	10.1	6.4	3.5	1.4
NH_4	6.0	21.2	7.2	9.7	11.9
Cl_2	0	0	18.0	16.9	12.7
SO_4	58.9	68.7	2.7	7.4	16.3
H_2O	0	0	65.7	62.5	57.7

160. El 90% del potasio es recuperado desde luego en forma de K_2SO_4 en el antedicho procedimiento trifásico. Más de una mitad del 10% restante podrá separarse, trabajando la solución C por evaporación y enfriamiento en forma de mezcla de cristales de K_2SO_4 con sulfato de amonio, el cual se podrá entonces aprovechar para uso



ulterior en el procedimiento.

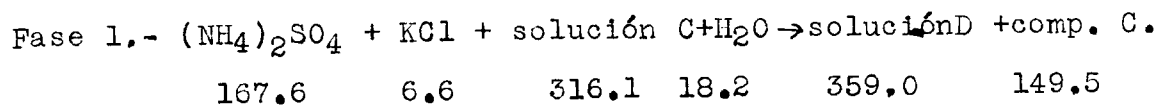
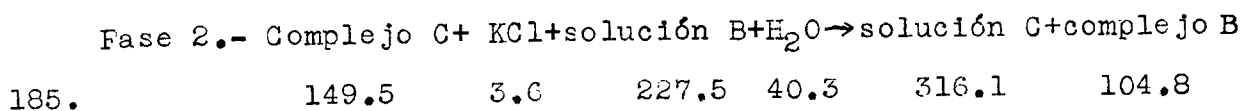
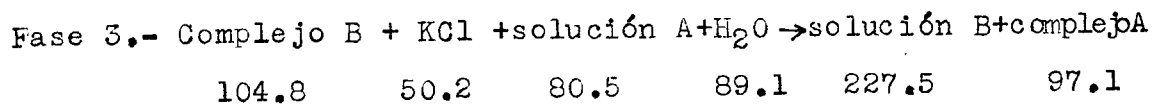
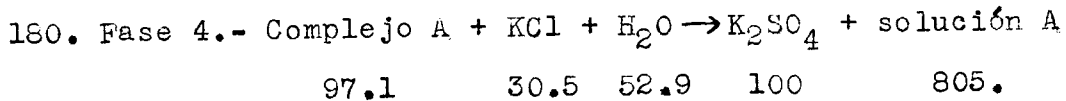
Las tres fases corresponden a una reacción total como sigue:



Por el contrario, si se intentase reemplazar el procedimiento polifásico por uno monofásico empleando estas cantidades, el producto no resultará sulfato de potasio puro, sino un complejo o compuesto de mezcla de cristales que contendrán grosso modo 60 a 70% de K_2SO_4 y 30 a 40% de $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$.

EJEMPLO 2.-

En este ejemplo el procedimiento se lleva a cabo en cuatro fases y en cada una de ellas a 30° C.



Las composiciones aproximadas de los compuestos y soluciones intermedias, (expresadas en gramos por cada

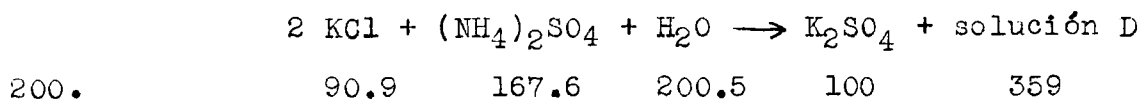
190. 100 gramos) son:

	<u>Complejo A.</u>	<u>Complejo B.</u>	<u>Complejo C.</u>	<u>Sol. A.</u>	<u>Sol. B.</u>	<u>Sol. C.</u>	<u>Sol. D.</u>
K ₂	35.1	10.1	3.6	6.4	3.5	1.4	0.7
NH ₄	6.0	21.2	25.1	7.2	9.7	11.9	12.7
Cl ₂	0	0	0	18.0	16.9	12.7	12.0
SO ₄	58.9	68.7	71.3	2.7	7.4	16.3	18.6
195. H ₂ O	0	0	0	65.7	62.5	57.7	56.0



- 8 -

El 94.3% del potasio es recuperado directamente en forma de K_2SO_4 . Las cuatro fases corresponden a una reacción total como sigue:



N O T A.

Habiendo ya descrito ampliamente la naturaleza del invento así como la manera de llevarlo a la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente descritas son susceptibles de ligeras modificaciones de detalle, sin que se altere el principio fundamental del invento y lo que constituye su esencia y por lo que se solicita patente de invención por veinte años en España, es por: "Un procedimiento de fabricación de sulfato de potasio"; caracterizándose por lo siguiente:

1^a.- Un procedimiento de fabricación de sulfato de potasio o de mezclas de cristales de sulfato de potasio y de sulfato de amonio, procedimiento que consiste en hacer reaccionar un exceso de sulfato de amonio con una solución acuosa que contenga cloruro de potasio para que dé un compuesto o complejo sólido intermedio de sulfato de potasio y de sulfato de amonio, en separar dicho compuesto del líquido o solución madre y hacer que reaccione con una solución acuosa que contenga cloruro de potasio a fin de dar un segundo compuesto sólido intermedio de sulfato de potasio y de sulfato de amonio que sea más rico en sulfato de potasio que el primer compuesto.

2^a.- Un procedimiento de fabricación de sulfato de potasio con arreglo a la reivindicación 1^a, procedimiento que es de forma cíclica y en el que el compuesto que se



- 9 -

produce en cada fase, desde la primera a la penúltima, es reaccionado en la fase siguiente con la solución madre producida en la fase correspondiente e inmediata siguiente de un ciclo anterior, o con cloruro de potasio y agua si se
230. trata de la fase final.

3ª.- Un procedimiento de fabricación de sulfato de potasio, con arreglo a la reivindicación 2ª, en el que la totalidad del cloruro de potasio o de agua, o ambas cosas, se divide en partes o cantidades que se añaden en
235. cada fase.

4ª.- Un procedimiento de fabricación de sulfato de potasio, con arreglo a las reivindicaciones 2ª y 3ª en el que la solución procedente de la primera fase es trabajada por evaporación para que deposite sulfato de
240. amonio o una mezcla de cristales de sulfato de potasio y de sulfato de amonio en caliente, (siendo los sólidos utilizados preferentemente de nuevo en el procedimiento) y dejando luego enfriar el producto a fin de separar el cloruro de amonio, y dejar una solución madre que venga
245. a tener aproximadamente la misma composición que el líquido primitivo, añadiéndose dicha solución madre a la solución madre de la primera fase de un ciclo subsiguiente.

5ª.- Un procedimiento de fabricación de sulfato
250. con arreglo a las reivindicaciones 2ª, 3ª o 4ª, en el que la temperatura vá disminuyendo en fases o etapas sucesivas partiendo de la fase en que se emplea sulfato de amonio puro.

6ª.- Un procedimiento para la producción de
255. sulfato de potasio o de una mezcla de cristales de sulfato

132794



- 10 -

de amonio y de sulfato de potasio, segun queda substancialmente descrito con referencia a uno cualquiera de los ejemplos antedichos.

"Un procedimiento de fabricaci3n de sulfato 260. de potasio"; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria.

Esta memoria consta de diez hojas escritas por una sola cara.

Madrid, 8 de Diciembre de 1933.
IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED.

P.P.