



MEMORIA DESCRIPTIVA
para solicitar
P A T E N T E D E I N V E N C I O N
e n
E S P A Ñ A
por VEINTE años
a nombre de la Sociedad DE DIRECTIE VAN DE STAATSMIJNEN
IN LIMBURG, entidad de nacionalidad holandesa, estableci-
da en Heerlen, Holanda, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR SULFATO
DE AMONIO".

=====

Este invento se refiere a la producción de sulfato de amonio por el procedimiento de saturación, por ejemplo por la acción mútua de amoniáco y ácido sulfúrico.

El invento tiene por objeto facilitar los medios por los que se obtiene sulfato de amonio de grano grue-



so.

10 A este efecto, según el invento, las impurezas contenidas en el líquido de saturación, mas especialmente los compuestos de hierro, aluminio y cromo, que son un obstáculo para una cristalización satisfactoria del sulfato de amónio, se precipitan en el líquido ácido en forma de compuestos de arsénico.

15 Se ha visto que pueden precipitarse, con un contenido máximo de aproximadamente un 3 % de ácido libre en el líquido de saturación, arseniato de hierro y al mismo tiempo probablemente también otros compuestos de hierro y arsénico y compuestos de arsénico con aluminio y cromo. De esta manera, se eliminan de la solución los compuestos que constituyen un obstáculo para la formación de los hermosos y grandes cristales de sulfato de amónio. Es importante, sin embargo, señalar que el precipitado no afecta a la cristalización del sulfato de amónio y que una solución que contenga una cantidad considerable de este precipitado, se pueden recuperar hermosos y grandes cristales, por lo que no hace falta separar el precipitado del líquido por la acción centrífuga ó de cualquier otra manera.

20 Para sacar todo el provecho del invento, es preciso que el proceso, en el cual se produce la combinación de los dos reactivos, es decir, ácido sulfúrico y amoniaco, sea llevado en tal forma, y que las cantidades respectivas de los reactivos introducidos en el recipiente saturador, sean graduadas también en tal forma, que la cantidad de ácido libre en el líquido de reacción se mantenga siempre por debajo del 3 % aproximadamente. Si, en estas condiciones, el porcentaje de compuestos de arsénico en el lí-

25

30

35



quido basta para producir la precipitación de los compuestos de hierro aluminio y cromo que la impiden, la cristalización en líquido madre producirá hermosos y grandes cristales de sulfato de amonio.

40 Un líquido madre que, con arreglo a este invento, se presta como medio de cristalización, contenía por ejemplo 2.85 % de arsénico trivalente, 0.19 % de arsénico pentavalente, 0.003 % de hierro y 0.6 % de ácido sulfúrico libre. De este líquido madre se recuperó un sulfato
45 de amonio que, según el análisis clasificador contenía 3 % de cristales mayores de 2 m/m, 90.0 % de entre 2 y 0.5 m/m, 4.5 % de entre 0.5 y 0.2 m/m y 2.5 % de menores de 0.2 m/m.

El ácido sulfúrico empleado contenía 0.201 % de arsénico trivalente, 0.045 % de arsénico pentavalente y
50 0.020 % de hierro, cuyo contenido de arsénico basto para efectuar una precipitación continua, con una acidez libre de 0.6 %, de tal cantidad del hierro aportado por el ácido sulfúrico, que solo sobró en la solución una cantidad de hierro (0.003 %) que ya no perturbaba la cristalización.

55 En contraste con ello resultó de un líquido madre que contenía 2.02 % de arsénico trivalente, 0.23 % de arsénico pentavalente, 0.18 % de hierro y 6.5 % de ácido sulfúrico libre, un sulfato de amonio que, según el análisis clasificador, consistía de 1 % de cristales mayores
60 de 2 m/m, 40.5 % de entre 2 y 0.5 m/m, 44.5 % de entre 0.5 y 0.2 m/m y 14 % de menores de 0.2 m/m. El ácido sulfúrico empleado tenía el mismo contenido de arsénico y hierro que en el caso anterior.

Así, con una acidez libre de 6.5 %, la cantidad
65 de arsénico aportada con el ácido sulfúrico no es suficien-



100 to de amonio, mientras que la cantidad de ácido sulfúrico añadida, conteniendo 0.141 % de arsénico trivalente, 0.032 % de arsénico pentavalente y 0.039 % de hierro férrico, ascendía a unas 75 toneladas. Así, con 0.6 % de ácido sulfúrico libre, los ácidos arsénico y fosfórico juntos pudieron precipitar el hierro aportado por el ácido sulfúrico hasta no sobrar ya mas que 0.002 % en el líquido saturador.

105 Si, en este caso, no se añade ácido fosfórico, la mera adición al ácido sulfúrico del tanto por ciento indicado de compuesto de arsénico, no es capaz de precipitar, con una acidez de 0.6 % de ácido libre, el hierro etc. aportado por el ácido mefúrico en una extensión tal, que el contenido de hierro del líquido de saturación quede reducido al porcentaje bajo que es necesario. Así, en este caso, se forma un precipitado coloidal complejo que afecta a la cristalización hasta tal punto que se forma una sal viscosa compuesta de pequeños cristales.

110

115 El ácido sulfúrico mencionado en el primer ejemplo de un procedimiento de producción de una sal buena y de cristales grandes, se prepara de preferencia de tal manera que contenga por lo menos 1 gr. at. de arsénico pentavalente por 1 gr. at. de hierro. Por lo general, el ácido sulfúrico del mercado contiene demasiado poco arsénico para cumplir con estas condiciones. En este caso hay que añadir la cantidad necesaria de arsénico pentavalente. Es también posible preparar en fábrica un ácido sulfúrico especial que tenga el contenido de arsénico en la proporción deseada.

120

125 Habiendo descrito hasta ahora las composiciones de



los líquidos de saturación que, según el invento, favorecen la cristalización de sulfato de amonio, y habiéndolo descrito cómo se mantienen estas composiciones, voy a indicar también a continuación, cómo se pueden obtener dichos líquidos de saturación .

130

Partiendo de reactivos puros, tales como agua, ácido sulfúrico y amoniaco, habrá que añadir las cantidades necesarias de arsénico y hierro para obtener una solución que contenga por ejemplo 2.85 % de arsénico trivalente 0.19 % de arsénico pentavalente y 0.003 % de hierro (ejemplo 1). Las cantidades de arsénico y hierro que haya que añadir, se pueden calcular fácilmente si se cuenta con un volumen total de líquido en circulación de unos 25 metros cúbicos.

135

140

Partiendo como base de ácido sulfúrico comercial y amoniaco, la cantidad de arsénico necesaria para elevar el ácido sulfúrico al punto de por lo menos 1 gr. at. de arsénico pentavalente por 1 gr. at. de hierro, habrá de añadirse bien sea al ácido sulfúrico o al líquido de saturación. Puede también emplearse el ácido sulfúrico especial que tenga el contenido deseado de arsénico en proporción al contenido de hierro arriba citado.

145

150

Además, habrá que añadir 65 Kg. de arsénico pentavalente al sistema de saturación, con objeto de elevar el contenido de arsénico pentavalente de la lejía madre hasta alcanzar el contenido de 0.19 % mencionado en el ejemplo antes citado. Esta cantidad está calculada sobre un volumen total de unos 25 metros cúbicos de lejía madre en circulación.

155

Cuando el ácido sulfúrico, o el líquido de satu-



160 ración, contiene una cantidad suficiente de compuestos de arsénico, aunque no bastante en su forma pentavalente, habrá que tener cuidado de convertir parte, o todo el arsénico trivalente, tanto mas, cuanto que ello es deseable desde el punto de vista de la forma de los cristales que se quiera recuperar, en arsénico pentavalente.

También es posible empezar con un líquido preparado según el procedimiento descrito en la patente española N° 133.378.

165 Si se comienza con un líquido que contiene 2.02 % de arsénico trivalente, 0.23 % de arsénico pentavalente, 0.18 % de hierro y 6.5 % de ácido sulfúrico libre, líquido que según el ejemplo antes citado no produce un sulfato de amonio de la forma cristalina deseada, este líquido podrá ser convertido en un líquido inicial de buena composición, rebajando el contenido en ácido sulfúrico libre por medio de la adición de amoniaco y la subsiguiente adición de un compuesto de arsénico. Al rebajar la acidez, se precipita un compuesto de hierro y arsénico en una forma coloidal y se produce una sal viscosa de forma cristalina deficiente. El sulfato de amonio arrastra consigo el compuesto coloidal que forma obstáculo. De esta manera disminuye el contenido de arsénico de la solución, y aunque cierta cantidad de arsénico es añadida con el ácido sulfúrico, es necesario añadir aún mas cantidad de arsénico a la solución para alcanzar el contenido deseado. Esta cantidad adicional se eleva a unos 80 kilogramos de arsénico pentavalente, volviendo a asumir un volumen total de lejía madre en circulación de 25 metros cúbicos. Hay que hacer constar que en este caso la composición deseada de líquido de saturación no es

170

175

180

185



190

alcanzada, frecuentemente, hasta después de algunos días (por ejemplo 4 a 5 días), ya que la naturaleza viscosa del contenido del saturador dificulta grandemente el proceso. En efecto, el hecho de que se obtienen cristales viscosos de forma cristalina defectuosa y un líquido saturador de difícil manejo, constituye la razón, por la cual nunca se ha practicado el uso de una acidez baja, como se demuestra en esta Memoria, excepto en la patente mencionada N° 133.378 del 27 Abril 1934.

195

Varios son los cambios que pueden introducirse en los detalles expresados en la Memoria que precede, sin por ello, apartarse del invento o sacrificar sus ventajas.

200

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en Holanda el 9 de Junio de 1937, bajo el N° 82.841, se acoge a los beneficios del artº. 51 del Estatuto vigente sobre Propiedad Industrial.

=====

N O T A

=====

205

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

210

1º. Un procedimiento para la producción de sulfato de amonio, de grano grueso, por medio de la acción recíproca de ácido sulfúrico y amoniaco, según el método de saturación, que comprende el producir la cristalización del sulfato de amonio en un líquido madre cuyo contenido de ácido sulfúrico libre no exceda de alrededor de un 3 %, y el precipitar esencialmente todas las impurezas que influyen desfavorablemente sobre la cristalización, en espe-



215 / cial hierro, aluminio y cromo en forma de compuestos de arsénico.

2º. Un procedimiento, según lo reivindicado en el punto 1º, en el que el ácido sulfúrico empleado contiene por lo menos 1 gramo átomo de arsénico pentavalente por 1 gramo átomo de hierro.

220 3º. Un procedimiento, según lo reivindicado en el punto 1º, por el que se añade al ácido sulfúrico un compuesto de arsénico.

225 4º. Un procedimiento, según lo reivindicado en el punto 1º, por el que se añade un compuesto de arsénico al líquido de saturación.

5º. Un procedimiento, según lo reivindicado en el punto 1º, por el que se añade un compuesto de arsénico pentavalente al ácido sulfúrico.

230 6º. Un procedimiento, según lo reivindicado en el punto 1º, por el que se añade un compuesto de arsénico pentavalente al líquido de saturación.

7º. Un procedimiento, según lo reivindicado en el punto 1º, por el que se añade arseniato de amonio al ácido sulfúrico.

235 8º. Un procedimiento, según lo reivindicado en el punto 1º, por el que se añade arseniato de amonio al líquido de saturación.

240 9º. Un procedimiento, según lo reivindicado en el punto 1º, por el que el arsénico trivalente que se encuentra en el ácido sulfúrico, es convertido en arsénico pentavalente.

10º. Un procedimiento, según lo reivindicado en el punto 1º, por el que el arsénico trivalente, que se en-



245 /

cuentra en el líquido de saturación, es convertido en arsénico pentavalente.

11º. Un procedimiento, según lo reivindicado en el punto 1º, por el que, a mas de un compuesto de arsénico, se añade también ácido fosfórico al líquido de saturación.

250

12º. Un procedimiento, según lo reivindicado en el punto 1º, por el que, a mas de un compuesto de arsénico, se añade también ácido fosfórico al ácido sulfúrico.

255

13º. Un procedimiento, según lo reivindicado en el punto 1º, por el que, a mas de un compuesto de arsénico, se añade también un fosfato al líquido de saturación.

14º. Un procedimiento, según lo reivindicado en el punto 1º, por el que a mas de un compuesto de arsénico, se añade también un fosfato al ácido sulfúrico.

260

15º. Un procedimiento, según lo reivindicado en el punto 1º, en el que se empieza por preparar un líquido de saturación que contenga una cantidad suficiente de arsénico pentavalente, de manera que se produzca el precipitado del hierro con el arsénico introducido con el ácido sulfúrico.

265

16º. Un procedimiento, según lo reivindicado en el punto 15º, en el que se prepara el líquido de saturación por mezcla de ácido sulfúrico, agua y amoníaco y adición de una cantidad suficiente de arsénico pentavalente.

270

17º. Un procedimiento, según lo reivindicado en el punto 1º, que se inicia preparando un líquido de saturación que contenga una cantidad suficiente de ácido fosfórico, de manera que se produzca el precipitado del hie-



rro con el arsénico introducidos con el ácido sulfúrico.

275

18°. Un procedimiento, según lo reivindicado en el punto 15°, por el que el líquido de saturación es preparado por mezcla de ácido sulfúrico, agua y amoniaco y adición de una cantidad suficiente de ácido fosfórico.

280

19°. Un procedimiento para producir sulfato de amónio.

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

Esta Memoria consta de once hojas escritas a máquina por una sola cara.

San Sebastián a " 11 1910

II Año Triunfal

P. A.

DEPARTAMENTO DE ECONOMÍA
Agencia de la Propiedad Industrial

P.P. *J. B. M. Alvarez*