

24 SEP.



PATENTE DE INVENCION  
=====

199738

I.C.I. Case No 10219.  
=====

EN LA REPRODUCCION  
POR DEFECTO DEL ORIGINAL

199738

MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Procedimiento para la obtención de nitrato amónico  
"aminorando la tendencia de sus partículas a formar  
"grumos o engastes".

=====

SOLICITANTES: IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED, residentes  
en Millbank, Londres, Inglaterra.

=====

- La presente invención se refiere a un procedimiento para la obtención de nitrato amónico aminorando la tendencia de sus partículas a formar grumos o engastes, mediante la presencia en los cristales de por lo menos un colorante
5. de naturaleza sulfonada aromática y soluble en una proporción de por lo menos 0.01% en una solución saturada de nitrato amónico acuoso a 20° C., como por ejemplo, el nitrato amónico modificado según se describe y reivindica en las patentes inglesas Nos. 625.077 y 627.680 y según se
  10. reivindica en la solicitud de patente inglesa nº 11.030/49.

199738

24 SEP.



15. En la memoria descriptiva de la patente inglesa n<sup>o</sup> 625.077 se describe y reivindica ,entre otros, el nitrato amónico modificado que consiste en una mezcla de 100 partes de nitrato amónico y 0.01 a 1.0 parte de Magenta ácido (Índice de Colores N<sup>o</sup> 692).

20. En la memoria descriptiva de la patente inglesa n<sup>o</sup> 627.680 se describe y reivindica entre otros, nitrato amónico que consiste en una mezcla de 100 partes de nitrato amónico y 0.01 a 1.0 partes de por lo menos, un colorante de naturaleza sulfonada aromática que no sea el Magenta ácido (Índice de colores N<sup>o</sup> 692), el cual es soluble en una proporción de por lo menos 0,01% en una solución saturada de nitrato amónico acuoso a 20<sup>o</sup> C. y produce la cristalización de nitrato amónico IV en 25. {010} prismas, listones, láminas o escamas, en lugar de los prismas {110} alargados o agujas, usuales, de soluciones de nitrato amónico acuoso que contienen el colorante en solución.

30. En la solicitud de patente inglesa n<sup>o</sup> 11.030/49 se reivindica, entre otros, nitrato amónico de reducida tendencia a apelotonarse o a engastarse durante su almacenado, que consiste en partículas de nitrato amónico en las que cada 100 partes en peso llevan en sus superficies un depósito de .0001 a 1.0 partes en peso de una sal 35. soluble de un derivado poli-sulfonado de un colorante de metano triarílico triamino-sustituido, o un derivado N-alquílico inferior del mismo mono-sustituido, cuyos grupos arílicos son grupos fenilo o toliilo o una combinación cualquiera de los mismos, siendo tal 40. colorante distinto al Magenta ácido (Índice de Colores N<sup>o</sup>

24 SEP.



199738

692).

45. Aun cuando los antedichos colorantes de naturaleza sulfonada aromática son eficaces en el cristal de hábito de la forma de nitrato amónico normalmente estable entre -18° y +32° C., conocido como nitrato amónico IV, los expresados colorantes pueden no ser eficaces o uniformemente eficaces a temperaturas superiores a 32° C.

50. La presente invención tiene por objeto proporcionar un procedimiento mediante el cual se hace que disminuya la tendencia cohesiva, especialmente a temperaturas superiores a 32° C., es decir, a la temperatura de transición entre las dos modificaciones orto-rómbicas III y IV de nitrato amónico, de nitrato amónico cuya superficie está envuelta con, por lo menos, un colorante de naturaleza sulfonada aromática soluble en una proporción de, por lo menos, 0.01 % en una solución de nitrato amónico saturado a 20° C. y el cual modifica el cristal de hábito de nitrato amónico IV según se describe en la memoria descriptiva de la patente n° 627.680.

60. Se ha considerado que toda tendencia al engaste que el nitrato amónico con superficie envuelta con tal colorante de naturaleza sulfonada aromática pueda todavía presentar después de haber sido expuesto a la humedad a temperaturas superiores a 32° C., es principalmente debido a recristalización como nitrato amónico III, que no experimenta cambio de hábito comparable con nitrato amónico IV de películas de superficie de solución concentrada saturada entre las partículas contiguas de la sal por fuerzas capilares. Si entonces las fuerzas capilares<sup>de</sup>/atracción entre las partículas contiguas de la sal pueden

70.

199738

24 SEP.



75. reducirse, la atenuación consiguiente de la superficie seccional transversal de los eslabones de solución saturada entre las partículas contiguas, disminuirían toda la tendencia al engaste de la superficie teñida del nitrato amónico que tiene lugar a temperaturas superiores a 32° C. La inclusión de un agente soluble que reduzca la tensión de superficie en una solución saturada de nitrato amónico en la superficie de los cristales de nitrato amónico con superficie teñida, ha demostrado mediante experimentos ser eficaz para reducir dicha tendencia al engaste a temperaturas más elevadas de 32° C. y también para perfeccionar las cualidades de libre circulación de la sal tratada a todas las temperaturas.

85. Por consiguiente según la presente invención, el nitrato amónico de tendencia reducida a apilonarse o a engastarse durante el almacenado, consiste en partículas de nitrato amónico de las cuales 100 partes en peso llevan en su superficie un revestimiento de 0.0001 a 1.0 partes de por lo menos un colorante de naturaleza sulfonada aromática que es soluble en una proporción de, por lo menos, 0.01% en una solución de nitrato amónico acuoso saturado a 20° C. y da lugar a la cristalización de nitrato amónico IV en {010} prismas, listones, láminas o escamas, en lugar de los prismas alargados usuales {110} o agujas de soluciones de nitrato amónico que contienen el colorante en solución, así como un compuesto soluble de superficie activa en una solución saturada de nitrato amónico y que tiene la propiedad de reducir su tensión de superficie.

95. El nitrato amónico, según la presente invención, puede producirse, por ejemplo, efectuando la cristalización directa
- 100.

24 SEP. 1955



199738

del nitrato amónico de la solución que contiene el colorante y el compuesto de superficie activa o efectuando la granulación de soluciones acuosas de nitrato amónico que contienen el colorante y el compuesto de superficie activa.

105. Otro método para la producción de nitrato amónico, según la presente invención, comprende el añadir de 0.001 a 1.0 partes de colorante y una cantidad que oscila entre 0.005 a 0.01 parte del compuesto de superficie activa mediante una mezcla en seco de 100 partes de nitrato amónico cristalizado y pulverizado.

110. Como ejemplos de colorantes adecuados de naturaleza sulfonada aromática, pueden citarse el magenta ácido (Índice de Colores de Rowe nº 692) sal sódica o amónica de nuevo Magenta trisulfonada ( el nuevo Magenta es el colorante a que se refiere el índice de Colores de Rowe nº 678), Amaranto (Índice de Colores de Rowe Nº 184), sal sódica o amónica de para-rosanilina trisulfonada (Índice de Colores de Rowe 673), violeta rojo 5 RS (Índice de Colores de Rowe Nº 693) y sal sódica o amónica de ácido sulfónico de 1:4-diaminoantraquinona-2.

120. Preferentemente el expresado compuesto de superficie activa es uno capaz de reducir la tensión de superficie a 20º C. de una solución de nitrato amónico saturado de 85 dinas por cm. , a un valor que no exceda de 50 dinas por cm.

125. Como ejemplos/<sup>de</sup>compuestos apropiados para la reducción de la superficie activa que se emplean según la presente invención pueden citarse: el éster di-octílico de la sal sódica del ácido sulfo-succínico, sulfato laurílico sódico y la forma impura de éste que consiste en sales sódicas de sulfatos ácidos de una mezcla de alcoholes obtenida reduciendo
- 130.

24 SEP.



- 6 -

199738

ácidos grasos de aceite de coco, las sales sódicas del oleato metílico sulfonado, la sal sódica de ácido sulfónico naftaleno isopropílico, la sal sódica del ácido oleilo-para-anisidina orto sulfónico y las sales sódicas de fosfato di-hidrógeno para-secundario octilo-fenílico y de fosfato hidrógeno-metílico para-secundario octilo-fenílico.

135.

La capacidad de reducción de la superficie de tensión de varios de los antedichos compuestos de superficie activa para una solución del 60% de nitrato amónico a 20°

140. C. es como sigue:

	<u>Dinas/cm.</u>
Ningun compuesto de superficie activa	85
0,1% de éster di-octílico de ácido sulfosuccínico sódico .....	30
145. 0,1% de sulfato laurílico sódico conteniendo producto de ácidos grasos de aceite de coco reducido .....	28
Sal sódica de ácido sulfónico naftaleno isopropílico .....	32
150. Orto-sulfonato-para-anisidina sódico oleílico .....	29

La tabla siguiente demuestra el efecto de la inclusión de orto-sulfonato para-anisidina sódico oleílico en la fijación del nitrato amónico tratado con un colorante específico:

T A B L A 1.

Mezcla

Contenido en ortosulfonato p-anisidina sódica oleflica

Contenido de humedad

Contenido Dureza de humedad

Contenido Dureza de humedad

Contenido Dureza de humedad

Mezcla	Contenido en ortosulfonato p-anisidina sódica oleflica	Contenido de humedad	Contenido Dureza de humedad	Contenido Dureza de humedad	Contenido Dureza de humedad	Dureza de humedad			
Nitrato amónico de malla 60	-	0.14%	2 lbs	0.58 %	2 lbs	1.14%	3 lbs	1.49%	4 lbs
Magenta ácido .05%	.005%	0.14%	1 lb	0.52 %	1 lb	1.10%	1 lb	1.5 %	3 lbs
Nitrato amónico de malla 60	-	0.19%	5 lbs	0.38 %	5 lbs	0.48%	7 lbs	0.57%	8 lbs
Amaranto .10%	0.01 %	0.16%	1 lb	0.43 %	2 lbs	1.0 %	4 lbs	2.5 %	4 lbs
Nitrato amónico de malla 60	-	0.21%	6 lbs			0.58%	11 lbs		
Sulfato sódico 1:4 diamino antraquinona-2	0.01 %	0.10%	1 lb	0.5 %	3 lbs	1.5 %	3 lbs	3.64%	18 + lbs
Nitrato amónico de malla 60	-	0.29%	13 lbs	0.58 %	18 + lbs				

24 SEP



19973

MALA REPRODUCCION  
POR DEFECTO DEL ORIGINAL



24 SEP.

- 8 - 199738

155. El ensayo para la fijación se efectuó exponiendo un cartucho cargado de 50 gramos de nitrato amónico tratado en papel poroso a atmósferas de 90% de humedad relativa para diferentes periodos. Los cartuchos se secaron a 20° C. después de exposición y la dureza se mide con un penetrómetro.

160. Los datos comparativos siguientes:

	Contenido de humedad	Dureza
Nitrato amónico + Magenta ácido al 0.05%	0.08%	18
	0.28%	18
165. Nitrato amónico + Magenta ácido al 0.05% + .005% orto-sulfonato para-anisidina sódico oleílico	0.1%	7
	0.3%	13
	0.54%	18
	0.92%	18

170. obtenidos sometiendo muestras de laboratorio de nitrato amónico tratado con 0,05% Magenta ácido y nitrato amónico tratado con <sup>Magenta</sup> ácido al 0.05% y orto-sulfonato para-anisidina sódico oleílico 0.005% a una temperatura de relativa humedad al 90% en diferentes periodos con subsiguiente secado a 40° representa el perfeccionamiento obtenido debido a la presencia del agente humectante, aun en dichas condiciones que son más rigurosas que en las condiciones de la instalación. En dichas condiciones de laboratorio, el nitrato <sup>amónico</sup> forma una solución saturada a 40° C. en el agua absorbida y en subsiguiente cristalización seca tiene lugar completamente como nitrato amónico III mientras que en condiciones de la instalación, solamente una parte de la solución saturada contenida en un volumen de nitrato amónico al refrigerar, cristaliza por encima de 32° C. como nitrato amónico III y el resto cristaliza por debajo de 32° C. como nitrato amónico IV.

175. El nitrato amónico modificado según la presente invención se ha descubierto que es especialmente apropiado

180.

185.

24 SEP. 1957



199738

para emplearlo en composiciones explosivas.

La invención vá también ilustrada por los siguientes ejemplos , en los que las partes y los porcentajes vá n indicados en peso.

190.

EJEMPLO 1.

100 partes de nitrato amónico en gránulos preparados mediante un procedimiento de cristalización pulverizada se rocían, según vá entrando el material en un secador giratorio mientras está todavía a una temperatura más elevada de

195.

100° C. con 0.5 partes de una solución acuosa que contiene 10% de sal amónica de Nuevo Magenta trisulfonado (el nuevo Magenta es el colorante que se indica en el Índice de Colores de Rowe, con el nº 678) y 1% de la sal sódica del ácido ortosulfónico para-anisidina oleílico. La sal seca

200.

que sale del secador a 40° C. no se endurece en modo perceptible al refrigerarse al atravesar el punto de transición de 32.3° C. a la temperatura ambiente de unos 20° C. Las propiedades de fluidez libre del nitrato amónico envasado tratado de acuerdo con este Ejemplo continúan hasta que el

205.

material llega a ponerse demasiado húmedo para que pueda ser utilizado. Las propiedades de fluidez en una atmósfera ligeramente húmeda después de almacenado en masa durante varios días son mejores que las que presenta el nitrato amónico tratado similarmente con el antedicho colorante solo,

210.

puesto que este último tiende a endurecerse a las pocas horas cuando se recoge en masa a 40° C. y se le deja enfriar, aun cuando esto no sucede cuando se recoge en bolsas o sacos de 50 Kgs. que individualmente se refrigeran rápidamente a la temperatura ambiente.

215.

En lugar de orto-sulfonato para-anisidina sódico-

24 SEP. 1973



olefílico se puede sustituir con éxito por cantidades similares del éster di-olefílico de ácido sulfo-succínico sódico, la sal sódica del ácido sulfónico naftaleno isopropílico y un sulfato laurílico sódico impuro obtenido de ácidos grasos de aceite de coco; todo con resultados prácticamente similares.

220.

EJEMPLO 2.

El procedimiento es el mismo que en el Ejemplo 1, con la excepción de que la misma cantidad de tinte Amaranto (Índice de Colores de Rowe nº184) se sustituye por la sal amónica del Nuevo Magenta trisulfonado (el Amaranto está relativamente menos afectado por vestigios de amonio).

225.

El producto tratado con Amaranto y sal sódica de ortosulfonato para-anisidina sódico olefílico no tiene tan buenas propiedades de fluidez como el que se ha descrito en el

230.

Ejemplo 1 que contiene el compuesto de superficie activa y el colorante, pero es aproximadamente el mismo que el que contiene 0,05% de Nuevo Magenta sulfonado solo y muy superior a nitrato amónico tratado con Amaranto solo, aun cuando se emplee 0.2% del colorante.

235.

EJEMPLO 3.

Una solución de nitrato amónico acuoso de un contenido de 96.8% de nitrato amónico a 140° C. se descarga en una caldera de granulación que consiste en una cazoleta cilíndrica abierta provista de camisa de agua con un agitador giratorio o paleta que llega justamente al fondo. Como la solución se refrigera a 133° C. comienza la cristalización y el calor de ésta vá disminuyendo progresivamente el contenido de agua hasta que hay presente una magma dura con un 1% de contenido de humedad de cristales de nitrato amónico suspendido en la

240.

245. lejía madre. En dicho punto 0,03% de Magenta ácido

24 SEP. 19



- 11 -

199738

(Indice de Colores N<sup>o</sup> 692) y 0.003% de sal sódica de ácido orto-sulfónico para-anisidina oleílico ambos finamente pulverizados ( estando calculados los pesos en el nitrato amónico) se añaden secos al contenido de la caldera de granulación. Como las paletas giran al colorante y el agente de superficie activa se mezclan íntimamente con los cristales ya separados y disuelven la lejía madre presente la cual baña o cubre los cristales. Según vá progresando la refrigeración las calorías de la cristalización más las calorías de la

255. transición a 125<sup>o</sup> C. y 84<sup>o</sup> C. sirven para retirar el resto del agua y se agrega un producto seco que consiste en cristales de nitrato amónico revestidos con Magenta ácido y se obtiene la sal sódica de ácido orto-sulfónico para-anisidina oleílico que resiste el engaste al refrigerarse mientras está

260. almacenado durante prolongados periodos de tiempo.

N O T A

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indica-

265. das son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no altere su principio fundamental. Tambien se hace constar que dicho invento corresponde a una patente presentada en Inglaterra con fecha 25 de septiembre de 1951, n<sup>o</sup> 23428/50 acogándose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los

270. Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención, por 20 años en España: "Procedimiento para la obtención de nitrato amónico aminorando la tendencia de sus partículas a formar grumos o engastes"; caracterizándose

275. por lo siguiente:

24 SEP. 1973



- 12 -

199738

280. 1<sup>a</sup>. = Procedimiento para la obtención de nitrato amónico aminorando la tendencia de sus partículas a formar grumos o engastes, especialmente nitrato amónico que consiste en partículas de nitrato amónico de las cuales cada 100 partes en peso llevan en sus superficies un revestimiento de 0.00D/a 1.0 partes de por lo menos un colorante de naturaleza sulfonada aromática que es soluble en una proporción de por lo menos 0.01% en una solución de nitrato amónico acuoso saturada a 20<sup>o</sup> C. y produce la cristalización de nitrato amónico IV en {010} prismas, listones, láminas o escamas en lugar de los <sup>{110}</sup> prismas alargados usuales o agujas de soluciones de nitrato amónico acuoso que contienen el colorante en solución, así como de un compuesto de superficie activa soluble en una solución saturada de nitrato amónico y teniendo la propiedad de reducir su tensión de superficie.
290. 2<sup>a</sup>. = Procedimiento para la obtención de nitrato amónico aminorando la tendencia de sus partículas a formar grumos o engastes, según lo especificado en la reivindicación 1<sup>a</sup>, caracterizado porque el colorante es Magenta ácido (Índice de Colores Rowe N<sup>o</sup> 692).
295. 3<sup>a</sup>. = Procedimiento para la obtención de nitrato amónico aminorando la tendencia de sus partículas a formar grumos o engastes, caracterizado porque el colorante es sal sódica o amónica de nuevo Magenta trisulfonado.
300. 4<sup>a</sup>. = Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1<sup>a</sup>, caracterizado porque el referido colorante es Amaranto (Índice de Colores de Rowe n<sup>o</sup> 184).
305. 5<sup>a</sup>. = Procedimiento según reivindicación 1<sup>a</sup>, caracterizado porque el expresado colorante es el sodio o sal amónica de para-rosanilina trisulfonada (Índice de Colores Rowe 676).
- 6<sup>a</sup>. = Procedimiento según reivindicación 1<sup>a</sup>, caracteri-

199738

24 SEP.



zándose porque el colorante es el Violeta Rojo 5 RS (Índice de Colores Rowe Nº 693).

310. 7º.= Procedimiento según reivindicación 1ª, caracterizado porque el expresado colorante es la sal sódica o amónica de ácido sulfónico de 1:4-diamino antraquinona 2.

315. 8º.= Procedimiento, según reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el referido compuesto de superficie activa es capaz de reducir la tensión de superficie a 20º C. de una solución de un nitrato amónico saturado de 85 dinas por cm. a un valor que no exceda de 50 dinas por cm.

320. 9º.= Procedimiento según la reivindicación 8ª, caracterizándose porque los referidos compuestos de superficie activa incluyen el éster di-octílico de la sal sódica de ácido sulfo-succínico, sulfato laurílico sódico, las sales sódicas del oleato sulfonado metílico, las sales sódicas del fosfato di-hidrógeno para-secundario octilo-fenílico y las sales sódicas del fosfato hidrógeno-metílico para-secundario octilo-fenílico.

325. 10º.= Procedimiento, según las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque se efectúa la cristalización directa del nitrato amónico de soluciones que contienen el colorante y el compuesto de superficie activa.

330. 11º.= Procedimiento, según reivindicaciones 1ª a 10ª, caracterizándose porque se efectúa la granulación de soluciones acuosas de nitrato amónico que contienen el colorante y el compuesto de superficie activa.

335. 12º.= Procedimiento, según reivindicaciones 1ª a 9ª, caracterizado porque se añaden de 0.001 a 1.0 parte del colorante y una cantidad que oscila entre 0.0005 a 0.1 parte del compuesto de superficie activa mediante una mezcla seca

199738

24 SEP



a 100 partes de nitrato amónico cristalizado y pulverizado.

132.- Procedimiento para la obtención de nitrato amónico aminorando la tendencia de sus partículas a formar grumos o engastes; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria, que consta de catorce hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 24 de septiembre de 1951.

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED.

P.P. de J. GOMEZ ACEBO y MODEI

