

223958

MEMORIA DESCRIPTIVA

SOCIETE D'ETUDES CHIMIQUES POUR L'INDUSTRIE ET L'AGRICULTURE.- PARIS.



PATENTE DE INVENCION

por 20 años

por "Un procedimiento de preparaci3n de sulfato de potasio" - - - - -

a favor de: SOCIÉTÉ D'ETUDES CHIMIQUES POUR L'INDUSTRIE ET L'AGRICULTURE, de nacionalidad francesa, domiciliada en: 11, Avenue de Friedland, PARIS 8^e.

- - - - -

MEMORIA DESCRIPTIVA

Es bien sabido que se puede preparar el sulfato de potasio a partir de sulfato de calcio y de cloruro de potasio.

5 Numerosos procedimientos han sido practicados para ello en los cuales el sulfato de calcio es empleado en estado normal o despu3s de activarlo, as3 como tambi3n transformado en otros sulfatos intermediarios tales como el sulfato de magnesio o el sulfato de amonio.

10 Entre los procedimientos que emplean el sulfato de calcio en estado normal, algunos operan en soluci3n acuosa, pero la reacci3n de ClK sobre el sulfato de calcio da



- 2 -

lugar, con un rendimiento más o menos elevado, a la formación de sales dobles tales como la singenita $\text{SO}_4\text{Ca} \cdot \text{SO}_4\text{K}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ o el pentasal $5 \text{SO}_4\text{Ca} \cdot \text{SO}_4\text{K}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ que se descomponen seguidamente para obtener el SO_4K_2 .

5 Es asimismo conocido que operando en presencia de una solución acuosa de amoníaco, se obtiene ya sea una sal doble empleando un muy débil exceso de cloruro de potasio con relación a la estequiometría pero con unos rendimientos mejorados en relación a la marcha en solución acuosa, ya sea directamente el SO_4K_2 empleando un gran exceso estequiométrico
10 de cloruro de potasio. En este último caso, las cantidades importantes de aguas-madres utilizadas contienen una proporción notable de cloruro de potasio que no se puede recuperar más que por la puesta en práctica de procesos complejos
15 de precipitación de sales dobles en reiterado tratamiento.

Es en fin bien sabido que se puede obtener directamente el sulfato de potasio haciendo reaccionar, en proporciones prácticamente estequiométricas, el cloruro de potasio sobre el sulfato de calcio a las cercanías de la temperatura ordinaria en un medio amoniacal acuoso concentrado, cuando
20 la solución contiene aproximadamente el 50 por 100 o más de amoníaco, gracias al empleo de una presión suficientemente elevada, aproximadamente de 3 kilogramos.

Se ha descubierto últimamente que es posible disminuir
25 la concentración mínima de amoníaco en las soluciones acuosas operando en unas condiciones de temperatura inferiores a la temperatura ordinaria y principalmente reducir esta concentración mínima al 40 por 100 cuando esta temperatura

928058



- 3 -

es inferior a 5 grados centígrados.

Esta mejora imprevisible en la técnica presenta entre otras las ventajas particularmente interesantes siguientes:

1º) Es posible trabajar empleando cantidades de soluciones amoniacales particularmente reducidas puesto que la relación entre la solución amoniacal y el SO_4Ca es siempre inferior a 2'60.

2º) La cantidad de amoníaco empleada para la transformación de una misma cantidad de sulfato de cal en sulfato de potasio es reducida a doble título puesto que se disminuye a la vez la cantidad de solución y la concentración en NH_3 de esta solución.

Una y otra de estas ventajas, obtenidas sin emplear exceso de Cl_2 con relación a las proporciones estequiométricas constituyen unos factores interesantes para la recuperación de NH_3 a partir de aguas-madres, ya sea por destilación, ya sea por el procedimiento conocido de precipitación de amoniacatos de Cl_2Ca y descomposición de estos amoniacatos.

Por otra parte, las condiciones particulares de temperatura y de presión en tal caso empleadas permiten efectuar la reacción a la presión atmosférica, lo cual contribuye a disminuir sensiblemente las pérdidas de NH_3 y suprime los delicados problemas de introducción de sólidos en los recipientes bajo presión y la separación bajo presión de líquidos y de sólidos al final de la reacción.

Asimismo se ha descubierto que es posible mejorar los resultados del procedimiento efectuando la preparación

223858



- 4 -

continua de SO_4K_2 por un proceso del tipo contra-corriente, actuando en la siguiente forma:

En un primer tiempo, se introduce SO_4Ca y una cantidad de ClK inferior a la estequiometría que reaccionan en una solución hidroamoniacaI contenedora de ClK y Cl_2Ca provinientes de un segundo tiempo que va a ser definido más adelante.

Al final del primer tiempo, es decir cuando la velocidad de transformación se reduce, el producto sólido es enjugado. Las aguas-madres son enviadas a la destilación y el sólido húmedo es tratado en un segundo tiempo, con una solución hidroamoniacaI fresca y una nueva carga de ClK , siendo la suma de las cantidades de ClK introducidas en los dos tiempos correspondientes a las proporciones estequiométricas en relación al SO_4Ca . La aportación de los constituyentes frescos durante el segundo tiempo permite obtener, al final de la reacción una velocidad de transformación claramente mejorada en relación al modo operatorio en un solo tiempo. En efecto la acumulación de Cl_2Ca en las aguas-madres reduce notablemente la velocidad de reacción entre SO_4Ca y el ClK : la utilización del sólido húmedo, parcialmente transformado, por una solución hidroamoniacaI fresca permite evitar este inconveniente.

Ejecutando esta manera de operar a una temperatura inferior a 5 grados centígrados, se disminuye todavía, de modo notable, la cantidad de NH_3 necesaria para transformar una parte del SO_4Ca empleada.

En el caso de ejecución del procedimiento descrito a continuación, se puede emplear el sulfato de calcio bajo

228858



una forma cualquiera: yeso, hemihidrato o anhídrito.

Para facilitar la descripción del procedimiento nos referiremos, a título no limitativo, a dos ejemplos de realización del mismo.

E J E M P L O I

5 Se hace reaccionar:

100 partes de yeso que contenga 79 partes
de SO_4Ca ,

87 partes de ClK ,

113 partes de agua,

93 partes de NH_3

a una temperatura de -3 grados centígrados, a la presión atmosférica, agitándose moderadamente durante 3 horas.

Se elimina seguidamente el agua-madre por filtración y después de lavado hidroamoniacal se obtiene SO_4K_2 .

10 El rendimiento de transformación del yeso en SO_4K_2 es de 98 y el agua-madre arrastra 2 partes de ClK .

Se efectúa la operación precedente en las mismas condiciones de concentración (misma cantidad de solución amoniacal y mismo contenido en NH_3 de esta solución), pero a 15 temperatura ordinaria de 20 a 25 grados centígrados es decir bajo una presión absoluta de aproximadamente 2 kilogramos por centímetro cuadrado.

Se obtiene entonces, después de un lavado hidroamoniacal, un sólido constituido por una mezcla de singenita 20 $\text{SO}_4\text{Ca} \cdot \text{SO}_4\text{K}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ y ClK , siendo el rendimiento de transformación del yeso en SO_4K_2 del 50 por 100.

228758

8



- 6 -

Así, en condiciones de concentración que, a la temperatura ordinaria, dan lugar a la precipitación de una sal doble de calcio y de potasio, una disminución de la temperatura permite obtener directamente SO_4K_2 con un excelente rendimiento.

Trabajando a temperatura ordinaria, para obtener directamente SO_4K_2 con un buen rendimiento, será necesario aumentar a la vez la cantidad de solución amoniacal en relación al SO_4Ca utilizado y la concentración en NH_3 de esta solución. Se emplearán así, para 100 partes de yeso utilizados:

- 101 partes de agua y
- 127 partes de NH_3

Gracias a este procedimiento que permite obtener directamente SO_4K_2 a la temperatura ordinaria, se ha registrado trabajando a baja temperatura, una ganancia importante en NH_3 . En efecto, si se compara en los dos casos las relaciones SO_4Ca , se obtiene:



- a 3 grados centígrados. 0,85
- a la temperatura ordinaria. 0,62

es decir una ganancia del 37 por 100.

E J E M P L O 2

Se hace reaccionar en un primer tiempo:

108 partes de yeso natural, con el 92,6 por 100 de $SO_4Ca.2H_2O$.

65 partes de CLK provenientes de cloruro 58-60 K_2O .

223959



- 7 -

aguas-madres provenientes del segundo tiempo de la reacción, que contienen:

- 105 partes de agua,
- 86 partes de NH_3 ,
- 21,5 partes de Cl_2Ca ,
- 3 partes de CLK.

En menos de una hora de reacción a -3 grados centígrados, a la presión atmosférica, agitando ligeramente, el rendimiento de transformación del yeso es próximo al 72 por 100 y se separa:

a) una masa húmeda que contiene:

- 28 partes de yeso,
- 72,7 partes de SO_4K_2 ,
- 8 partes de materia insoluble,
- 4,7 partes de CLK,
- 11 partes de agua de impregnación,
- 7 partes de NH_3 ,
- 6 partes de Cl_2Ca .

b) una agua-madre que contiene:

- 109 partes de agua,
- 79 partes de NH_3 ,
- 62 partes de Cl_2Ca ,
- 0,8 partes de CLK.

5 A partir de esta agua-madre, se recupera NH_3 por los procedimientos conocidos ya sean de destilación, ya sean de precipitación de amoniacatos de Cl_2Ca y descomposición de estos amoniacatos.

223052



- 8 -

En un segundo tiempo, la masa húmeda es vuelta a tratar por:

- 95 partes de agua.
- 78 partes de NH_3 .
- 20,8 partes de ClK .

Después de una hora de reacción a -3 grados centígrados bajo la presión atmosférica, agitando ligeramente, el 5 rendimiento de transformación del yeso es cercano al 90 por 100 y se separa:

a) una masa húmeda que contiene:

- 2 partes de yeso.
- 99,2 partes de SO_4K_2 .
- 8 partes de materia insoluble.
- 6,5 partes de agua
- 5 partes de NH_3 .
- 1,3 partes de Cl_2Ca .

b) una agua madre que contiene:

- 105 partes de agua.
- 80 partes de NH_3 .
- 3 partes de ClK .
- 21,5 partes de Cl_2Ca .

que es vuelta a tratar después del enriquecimiento en NH_3 .

En estas condiciones, la relación $\text{SO}_4\text{Ca}/\text{NH}_3$ es igual a 0,92, lo que representa una ganancia en NH_3 del 8 por 100 en relación al procedimiento de un solo tiempo a la temperatura ordinaria.

NOTA

923958



- 9 -

N O T A

Por la patente de invención a que se refiere la presente memoria descriptiva se REIVINDICA la propiedad y la explotación exclusiva de:

1.- Un procedimiento de preparación de sulfato de potasio, realizado haciendo reaccionar el sulfato de calcio y el cloruro de potasio, en presencia de una solución acuosa, esencialmente caracterizado por el hecho de efectuar la reacción a baja temperatura por debajo de 5 grados centígrados, empleando como medio de reacción una solución acuosa de amoníaco.

2.- Un procedimiento de preparación de sulfato de potasio, realizado haciendo reaccionar el sulfato de calcio y el cloruro de potasio, en presencia de una solución acuosa, tal como el especificado en 1, caracterizado por el hecho de que la solución de amoníaco contiene por lo menos el 40 por 100 en peso de NH_3 .

3.- Un procedimiento de preparación de sulfato de potasio, realizado haciendo reaccionar el sulfato de calcio y el cloruro de potasio, en presencia de una solución acuosa, tal como el especificado en 1 y 2, caracterizado por el hecho de que la reacción es efectuada de un modo continuo por un proceso del tipo de contra-corriente.

4.- "Un procedimiento de preparación de sulfato de potasio".

Consta

228958



- 10 -

Consta la presente memoria de diez hojas foliadas, escritas por una sola cara.

Barcelona, 8 de Septiembre de 1955.

P. p. de: SOCIÉTÉ D'ÉTUDES CHIMIQUES POUR L'INDUSTRIE
ET L'AGRICULTURE,