

225521



PATENTE DE INVENCIÓN
por 20 años

225521

por "Un procedimiento para la fabricación de la sal de Engel" -----

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

MEMORIA DESCRIPTIVA

Se han propuesto numerosos métodos para la fabricación de la sal de Engel $\text{CO}_3\text{K} \cdot \text{CO}_3\text{Mg} \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$.

5 Un antiguo procedimiento consiste en tratar una solución concentrada de cloruro de potasio por un carbonato de magnesio y CO_2 bajo presión: en estas condiciones, se forma el Cl_2Mg soluble y la sal de Engel que precipita. Este procedimiento exige siempre el empleo de carbonato de magnesio bajo forma de sal trihidratada $\text{CO}_3\text{Mg} \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$ cuya preparación es complicada.

10 Igualmente se ha propuesto precipitar la sal de Engel por acción simultánea de CO_2 y de NH_3 sobre el cloruro de potasio y las sales de magnesio solubles tales como, por ejemplo, sulfato o cloruro. Unas variantes de este modo de



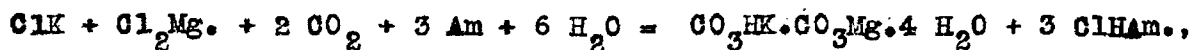
operar preven el empleo de carbonato de amonio y CO_2 , y también de bicarbonato de amonio sólido. Todos estos procedimientos presentan un grave inconveniente, pues no permiten obtener rendimientos superiores al 50 por ciento en relación al potasio introducido. En efecto, a fin de impedir una coprecipitación de la sal de Engel y de la sal soluble correspondiente de amonio y de magnesio $\text{CO}_3\text{H}_2\text{NH}_4\text{CO}_3$ $\text{Mg} \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$, es necesario, para asegurar la saturación del agua madre final, trabajar con un gran exceso de sal de potasio en relación a la estequiometría. Para asegurar la rentabilidad del procedimiento precisa recuperar en el agua madre final no solamente el amoniaco sino también el cloruro de potasio, y sea cual fuere el modo operatorio empleado para esta última recuperación, las operaciones complicadas y costosas que la misma exige hacen estos procedimientos poco interesantes bajo el punto de vista industrial.

Se ha encontrado que es posible evitar los inconvenientes de los distintos procedimientos que se han descrito, y precipitar directamente la sal de Engel con excelentes rendimientos en relación al potasio utilizado, reemplazando el NH_3 por una amina alifática primaria, secundaria o terciaria. Las aguas madres finales del procedimiento según la invención solo contienen muy débiles cantidades de potasio, y esto sea cual fuere el modo de operar empleado como veremos luego: de ello resulta que es suficiente poner en tratamiento proporciones de cloruro de potasio prácticamente estequiométricas.

Partiendo por ejemplo de ClK y de Cl_2Mg , la reacción



se efectúa según la fórmula general siguiente:



en la cual Am representa una amina alifática, primaria, secundaria o terciaria.

5 Se emplea la cantidad de amina justa necesaria para la reacción o un largo exceso que con preferencia, no pasa del 10 por ciento a fin de que la recuperación ulterior de la amina pueda efectuarse en condiciones económicas. Las proporciones de CO_2 que corresponden a la fórmula de la sal de Engel bastan para efectuar la reacción en condiciones satisfactorias, pero un exceso de CO_2 no es perjudicial.

Para la puesta en práctica del procedimiento según la invención se pueden emplear distintos modos operatorios, que describiremos a continuación a título no limitativo:

15 1º - Se hace pasar por una solución acuosa de amina una corriente de gas carbónico puro o diluido en un gas inerte. Se introducen luego en la solución carbonatada las sales de magnesio y de potasio sólidas o en solución en el agua, y se agita moderadamente durante aproximadamente una hora a la temperatura ordinaria (20 a 25 grados centígrados). De este modo se obtiene un precipitado fácilmente filtrable que se separa de la solución, se lava y se deseca: la composición del precipitado corresponde sensiblemente a la composición teórica de la sal de Engel.

25 2º - En una solución acuosa de amina, se introducen las sales de potasio y de magnesio sólidas o en solución acuosa y se hace borbotonear una corriente de CO_2 puro o diluido en un gas inerte. Cuando la carbonatación está terminada, se



225521

- 4 -

separa por filtración el precipitado obtenido que está constituido por lo menos de un 97 por ciento de sal de Engel.

3º - A una solución de sales de potasio y de magnesio se añade bicarbonato de amina sólido o en solución. Después de
5 haber agitado durante una hora aproximadamente, se separa un precipitado que contiene por lo menos un 90 por ciento de sal de Engel.

El procedimiento es muy elástico puesto que es posible trabajar según formas operatorias distintas, obteniéndose siempre buenos resultados. La débil cantidad de impurezas que se precipitan eventualmente con la sal de Engel está constituida únicamente por la magnesia hidratada o por el carbonato de magnesio. En ciertos casos, puede ser
10 ventajoso favorecer la coprecipitación de estos compuestos de magnesio y obtener como producto final una mezcla más rica en magnesio que la sal de Engel.

Cualquiera que sea la forma operatoria empleada, el agua madre final solo contiene muy débiles cantidades de potasio y de magnesio. Se pueden obtener concentraciones
20 inferiores al 0,3 por ciento en K y al 0,1 por ciento en Mg. en las aguas madres finales, lo cual corresponde a rendimientos que son por lo menos del 95 por ciento con relación al K introducido, y del 97 por ciento con relación al Mg.

La muy débil cantidad de sales de potasio y de magnesio de las aguas madres constituye una ventaja importante
25 del procedimiento según la invención. En efecto, la recuperación de la amina contenida en las aguas madres bajo forma de clorhidrato puede efectuarse de modo sencillo por



225511

5 cualquier medio conocido (por ejemplo, por destilación en presencia de cal). Las soluciones residuales pueden ser desechadas sin disminuir la rentabilidad del procedimiento después de la eliminación de la amina, puesto que solo contienen cantidades ínfimas de K y de Mg.

10 En el procedimiento objeto de la patente de invención, se emplea como materia prima una sal soluble de potasio, tal como el cloruro, el sulfato u otra semejante, o una sal mixta cualquiera que contenga una sal soluble de potasio. Las sales dobles naturales de potasio y de magnesio, tales como la carnalita, son particularmente convenientes. Además de las sales de magnesio solubles, se puede también emplear para la puesta en práctica del procedimiento una sal de magnesio insoluble o magnesia.

15 Como amina alifática, se pueden escoger con preferencia las aminas en las cuales el punto de ebullición no pase los 100 grados centígrados, a fin de que la recuperación del reactivo sea más económica.

20 Se dan a continuación, a título no limitativo, algunos ejemplos de realización del procedimiento según la invención.

E J E M P L O 1

25 Se hace pasar una corriente de gas carbónico por una solución de trietilamina que contiene el 40 por ciento en peso de amina. Se detiene la carbonatación cuando la solución ha absorbido aproximadamente 2 moléculas de CO_2 por 3 moléculas de amina. A 198 centímetros cúbicos de esta solución carbonatada se añaden 64 gramos de carnalita y se agita durante aproxi-



- 6 -

225521
msamente una hora a la temperatura ordinaria. Se filtra el precipitado obtenido; el agua madre contiene el 0,2 por ciento de K y vestigios no dosables de Mg.

El precipitado es analizado después de lavado y secado. La composición es la siguiente: 15,0 por ciento de K, 9,65 por ciento de Mg. y 46,4 por ciento de CO_3 , es decir sensiblemente la composición teórica de la sal de Engel que contiene: 15,25 por ciento de K, 9,5 por ciento de Mg. y 46,8 por ciento de CO_3 .

E J E M P L O 2

10 Por una solución de dietilamina que contenga el 30 por ciento en peso de amina, se hace pasar una corriente de gas carbónico con el 30 por ciento de CO_2 hasta que la solución contenga 2 moléculas de CO_2 por 3 moléculas de amina. Se añaden entonces 250 gramos de carnalita y se agita durante 15 una hora aproximadamente, a la temperatura ordinaria.

El precipitado obtenido está titulado, después de lavado y secado como sigue: 15,4 por ciento de K, 9,6 por ciento de Mg. y 46,65 por ciento de CO_3 .

El agua madre final contiene el 0,2 por ciento de K y 20 el 0,01 por ciento de Mg.

E J E M P L O 3

Se carbonata una solución de isopropilamina que contiene inicialmente el 38 por ciento en peso de amina. A 520 centímetros cúbicos de esta solución carbonatada, se añade 25 una solución acuosa de carnalita preparada añadiendo 250 gramos de sal a 430 centímetros cúbicos de agua. Después de una



- 7 -

225521

hora de agitación a la temperatura ordinaria, se separa un precipitado que, después de lavado y secado, presenta la composición siguiente: 14,9 por ciento de K, 9,9 por ciento de Mg. y 45,15 por ciento de CO_3 .

5 El filtrado contiene el 0,3 por ciento de K y el 0,01 por ciento de Mg.

E J E M P L O 4

En 140 gramos de agua se hacen disolver 38 gramos de ClK y 102 gramos de $\text{Cl}_2\text{Mg} \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$. Se añaden a esta solución 110 gramos de isopropilamina que titule 91 por ciento de amina en peso. Se hace borbollonear en la solución así obtenida una corriente de gas carbónico, agitando moderadamente a la temperatura ordinaria. Cuando la carbonatación está terminada, se filtra, se lava y se deseca el precipitado, que da en el análisis la composición siguiente: 14,6 por ciento de K 11,2 por ciento de Mg. y 45,4 por ciento de CO_3 .

10

15

El agua madre final contiene el 0,2 por ciento de K y el 0,01 por ciento de Mg.

20

La invención no se limita a los cuatro ejemplos que acaban de ser expuestos, pudiéndose en particular actuar a cualquier temperatura inferior a 45 grados centígrados, y entendiéndose que por las razones de explotación se prefiere el intervalo comprendido entre 0 y 45 grados centígrados.

N O T A



- 8 -

225521

NOTA

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

5 1.- Un procedimiento para la fabricación de la sal de Engel $\text{CO}_3\text{K} \cdot \text{CO}_3\text{Mg} \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$ a partir de sales de potasio y de magnesio, esencialmente caracterizado por el hecho de que se hace reaccionar en solución acuosa gas carbónico y una amina alifática sobre una sal de potasio y una sal de magnesio, agitando moderadamente la mezcla, y se separa la sal de Engel que precipita.

10 2.- Un procedimiento para la fabricación de la sal de Engel, tal como el especificado en 1, caracterizado por el hecho de que la reacción se efectúa a una temperatura inferior a 45 grados centígrados.

15 3.- Un procedimiento para la fabricación de la sal de Engel, tal como el especificado en 1 y 2, caracterizado por el hecho de que se emplea un compuesto de gas carbónico y de amina alifática en estado sólido o en solución acuosa.

20 4.- Un procedimiento para la fabricación de la sal de Engel, tal como el especificado en 1, 2 y 3, caracterizado por el hecho de que se emplea como amina alifática una amina primaria, secundaria o terciaria.

25 5.- Un procedimiento para la fabricación de la sal de Engel, tal como el especificado en 1, 2, 3 y 4, caracterizado por el hecho de que se emplea una sal de potasio soluble o una sal mixta que contenga una sal de potasio soluble en el



225521

agua.

5 6.- Un procedimiento para la fabricación de la sal de Engel, tal como el especificado en 1, 2, 3, 4 y 5, caracterizado por el hecho de que se emplea una sal de magnesio soluble o insoluble en el agua, o magnesia.

10 7.- Un procedimiento para la fabricación de la sal de Engel, tal como el especificado en 1, 2, 3, 4, 5 y 6, caracterizado por el hecho de que se emplea como materia prima una sal doble de potasio y de magnesio y en particular la carnalita, o una sal mixta que contenga tal sal.

8.- Un procedimiento para la fabricación de la sal de Engel.

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

Barcelona, 6 de Diciembre de 1955.

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