

AÑO .....

Expediente núm. ....



241513

# REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

241513

**PATENTE DE INVENCIÓN**

**MEMORIA DESCRIPTIVA**

*que se acompaña a la solicitud de*

una **PATENTE DE INVENCIÓN** por 20 años, en España

*a favor de*

**INSTITUTO NACIONAL DE INDUSTRIA**, de nacionalidad

española domiciliado en Madrid

calle de Plaza de Salamanca num. 8 núm. 8

*por:*

**PROCEDIMIENTO PARA DESCOMPONER LOS SULFATOS DE BASE**

**ORGANICA**

Nº 6865

Agente Sr. LA CRUZ

241513

241513

MEMORIA DESCRIPTIVA  
DE LA  
PATENTE DE INVENCION

Que se solicita por 20 años para España

A favor del INSTITUTO NACIONAL DE INDUSTRIA,  
entidad española domiciliada en  
Madrid, Plaza de Salamanca, número 8

Por "PROCEDIMIENTO PARA DESCOMPONER LOS SULFATOS DE BASE  
ORGANICA"

Inventores: Angel ROMERO GONZALEZ y  
Vicente MARTIN MUNICIO

Madrid, veintitrés de abril de mil novecientos cincuenta y  
ocho.



241513

MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre

"PROCEDIMIENTO PARA DESCOMPONER LOS SULFATOS DE BASE ORGANICA"

Solicitante: INSTITUTO NACIONAL DE INDUSTRIA, entidad española domiciliada en Madrid.

En el beneficio del alquitrán de hulla se suelen tratar las fracciones del alquitrán por ácido sulfúrico para separar las "bases pirídicas" en forma de sulfatos de bases pirídicas. En los procesos de concentración del dióxido de azufre por absorción con bases orgánicas (xilidina, dimetilnilina, etc.) se forma cierta proporción de sulfatos de las bases orgánicas que es preciso descomponer con bases inorgánicas para regenerar las bases absorbentes.

Cuando se emplea sosa para liberar las bases orgánicas en los casos anteriores, basta con utilizarla en soluciones de cualquier dilución, pues por lo general el sulfato sódico que se forma no suele recuperarse por falta de interés económico. Pero cuando la descomposición del sulfato de base orgánica se hace con amoníaco, o con hidróxido o



241513

15. carbonato potásico, entonces sí interesa recuperar el sulfato amónico o potásico final porque estos productos tienen interés económico inmediato en el campo de los fertilizantes, entre otros.

Después de numerosos ensayos, hemos llegado a descubrir un procedimiento que permite obtener cristalizados y puros los sulfatos de amonio o de potasio o cualquier otro, descomponiendo los sulfatos de base orgánica en la forma que a continuación se indica y sin que sea necesario consumir energía calorífica para la concentración de las disoluciones y cristalización de los productos.

Según nuestro invento, los sulfatos de base orgánica se ponen en contacto con un cierto volumen de disolución saturada en frío (20°C por ejemplo) de sulfato amónico. Al conjunto, y preferentemente con agitación mecánica, se le inyecta amoníaco gaseoso en cantidad estequiométricamente justa para descomponer el sulfato de base orgánica, con lo que se forma sulfato amónico y se libera la base orgánica. Esta operación se favorece cuando se efectúa a temperatura moderadamente superior a la ordinaria, por ejemplo 80°C. El sulfato amónico formado se disuelve en la disolución acuosa de sulfato amónico, pues ésta deja de estar saturada a la temperatura de la operación porque, como es sabido, la solubilidad del sulfato amónico en el agua aumenta con la temperatura. Al dejar en reposo la mezcla, se separan dos capas: la capa superior es de bases orgánicas libres, y la inferior es una disolución acuosa de sulfato amónico saturada a la temperatura de la operación (80°C, por ejemplo); si ambas capas se descargan separadamente, la capa acuosa se puede llevar a un cris-



241513

- talizador donde por enfriamiento (20°C, por ejemplo) se ob-
45. tiene una cosecha de cristales de sulfato amónico (en cantidad correspondiente al amoníaco utilizado) y queda una cantidad de disolución saturada de sulfato amónico igual a la de partida, que puede emplearse en una operación subsiguiente. Así se evitan las pérdidas de base orgánica que, aunque
50. en pequeña proporción, siempre quedan disueltas en el agua.

Para mejor ilustración se exponen seguidamente dos ejemplos numéricos:

- Ejemplo 1.- A 100 kg de bases pirídicas "pesadas" que contienen 10 kg de azufre en forma de sulfato de bases se añaden
55. 10,6 kg  $\text{NH}_3$  gaseoso que se inyecta en el líquido mediante un tubo con perforaciones, por ejemplo. Simultáneamente (aunque también puede hacerse antes o después de la inyección del amoníaco) se incorporan 365 kg de disolución saturada a 20°C de sulfato amónico. El conjunto se lleva a 80° procurando,
60. mediante agitación de la mezcla, que haya buen contacto entre la capa aceitosa (de bases orgánicas) y la acuosa (solución de sulfato amónico). Después se deja en reposo, con lo que se separan rápidamente, por su gran diferencia de densidad, las capas de bases orgánicas (superior) y de sulfato
65. amónico (inferior) estando ésta saturada y a 80°. Purgando separadamente ambas capas se aíslan las bases para su empleo posterior, y la disolución de sulfato amónico (saturada a 80°C) pasa a un cristalizador donde al enfriarse a 20°C suministra una cosecha de 41,3 kg de sulfato amónico cristaliza-
70. do, directamente utilizable como abono, previa desecación por métodos convencionales, y 365 kg de disolución saturada



241513

(a 20°C) de dicha sal, que se emplea en operación posterior.

Ejemplo 2.- A 100 kg de bases pirídicas pesadas que contienen 10 kg de azufre en forma de sulfato se le añaden 586 kg de disolución de sulfato potásico, saturada a 20°C, y a la 75. que se han añadido previamente 35 kg de potasa cáustica. El conjunto se agita y mantiene durante unos minutos a 80°C, después de lo cual se dejan separar las dos fases insolubles: La superior es de bases pirídicas libres, y la inferior es 80. de disolución saturada a 80°C de sulfato potásico. Descargando ambas capas separadamente, las bases pueden emplearse después para ser de nuevo sulfatadas, por ejemplo; y la disolución acuosa de sulfato potásico se envía a un cristizador donde por enfriamiento a 20°C cristalizan 54,3 kg de sulfato 85: potásico, quedando unas aguas madres saturadas a 20°C con dicha sal, y que por adición de 35 kg de KOH pueden utilizarse para una operación subsiguiente análoga a la descrita. La elaboración del sulfato potásico cristalizado (separación de las aguas madres y desecación) se hace por los métodos cono- 90. cidos.

Por nuestro procedimiento se obtienen, pues, sulfatos fertilizantes cristalizados de un líquido acuoso, con todas las conocidas ventajas que tiene la cristalización en agua madre acuosa pero sin el inconveniente usual de tener 95. que consumir vapor en evaporar las disoluciones. En el caso del sulfato amónico, podría obtenerse esta sal por inyección sin más de amoníaco sobre la base sulfatada, pero si no hay fase acuosa presente (esto no tiene que ver con que las bases lleven ya en su seno la cantidad de agua que exige la este-



241513

100. quiometría de formación del sulfato de base orgánica) se forman unos cristales demasiado pequeños que retienen cantidad apreciable de bases, lo que perjudica a su aplicación posterior además de disminuir el rendimiento de regeneración de las bases. Por otra parte, la viscosidad del producto de la saturación con amoníaco es tal que la separación del sulfato amónico y las bases orgánicas es muy dificultosa incluso por centrifugación.

- Se comprende que si los sulfatos a obtener tuvieran coeficiente negativo de solubilidad en agua, contrariamente a lo que ocurre con los de amonio y potasio citados, la temperatura de tratamiento habría de ser inferior y no superior a la de saturación de la disolución acuosa utilizada. Es natural que estos detalles, así como los márgenes de temperatura (que en los ejemplos citados son de 20 y 80°C) no pueden modificar la naturaleza del invento.

- Descrita suficientemente la naturaleza del invento y la manera de llevarlo a la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental, siendo lo que constituye la esencia del referido invento, y por lo que se solicita patente de invención por 20 años para España por "PROCEDIMIENTO PARA DESCOMPONER LOS SULFATOS DE BASE ORGANICA", las siguientes

NOTAS REIVINDICATORIAS:

125. 1) Procedimiento para descomponer sulfatos de base orgánica caracterizado porque esta descomposición se efectúa



241513

con bases o sales inorgánicas para obtener los sulfatos de estas últimas cristalizados; porque el sulfato de base orgánica se pone en contacto con una disolución acuosa saturada de la sal a obtener, con la particularidad de que el dicho contacto se efectúa a una temperatura superior a la de saturación de la citada disolución acuosa, si el coeficiente de solubilidad de la sal es positivo; porque simultáneamente se agita la mezcla y se añade la base o sal inorgánica cuyo sulfato se quiere obtener; porque después de la reacción se separan por gravedad la capa de base orgánica y la disolución acuosa de sulfato saturada a la temperatura de tratamiento; y porque enfriada esta disolución suministra el sulfato deseado y una disolución acuosa o agua madre del mismo que después de recuperar de ella los cristales se emplea en otra operación posterior.

2) Procedimiento según la reivindicación 1 por el cual la base orgánica sulfatada puede ser cualquiera con tal de que sea inmisible a la temperatura de tratamiento con la disolución acuosa saturada de sulfato inorgánico que se trata de obtener.

3) Procedimiento según reivindicaciones 1 y 2 caracterizado porque la adición al sulfato de base orgánica de la base inorgánica cuyo sulfato se trata de obtener se puede efectuar tanto antes, como durante, como después de mezclarlo con la disolución acuosa y saturada en frío del sulfato inorgánico que se trata de obtener.

4) Procedimiento para descomponer los sulfatos de base orgánica, tal como queda sustancialmente descrito en la

241513

155. presente memoria.

Esta memoria consta de siete hojas mecanografiadas por una sola cara.

Madrid, ventitrés de abril, día de S. Jorge, de mil novecientos cincuenta y ocho.

INSTITUTO NACIONAL DE INDUSTRIA

L. J. J. J.  
P. P.

