



Case N. 56

282320

P A T E N T E  
D E  
I N V E N C I O N

por "UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR POTASIO METALICO", a favor de la firma italiana MONTECATINI SOCIETA GENERALE PER L'INDUSTRIA MINERARIA E CHIMICA, residente en MILANO (Italia), Largo G. Donegani 1-2.

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a un procedimiento para preparar potasio metálico. Más particularmente, objeto de este invento es una mejora del procedimiento de preparación del potasio metálico a partir de carburo cálcico y haluro potásico.

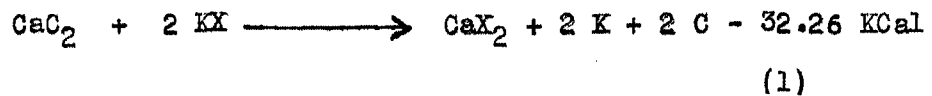
5.

Otro objeto de este invento es un equipo apto para el mencionado procedimiento.

Para preparar potasio metálico se conoce un procedimiento en el que se parte de 2 moles de haluro potásico y 1 mol. de carburo cálcico:

10.

282320



(donde X es un átomo de halógeno, de preferencia cloro).

La reacción (1) es moderadamente endotérmica;

5. para obtener un rendimiento satisfactorio de potasio metálico, esa reacción ha de efectuarse en condiciones de alto vacío. A causa de las condiciones de alto vacío y de la discontinuidad de la masa reactiva depositada en el reactor, el traspaso de calor (necesario para el desarrollo de la
10. reacción) se produce en condiciones bastante precarias, de modo que se necesitan temperaturas elevadas y tiempos prolongados para que la reacción llegue a terminarse.

15. Objeto de este invento es un procedimiento para preparar potasio metálico que carece de los inconvenientes mencionados. Este procedimiento se caracteriza por el hecho de que en él, además de la reacción (1), se desarrolla otra reacción (2), que es inerte respecto a la reacción (1) y manifiesta carácter exotérmico.

20. Para la reacción exotérmica se emplea, como alternativa preferida de este invento, una mezcla compuesta de aluminio y óxido de hierro en forma pulverulenta.

25. En consecuencia, es objeto de este invento un procedimiento de preparación de potasio metálico a partir de un compuesto cálcico y haluro potásico, a temperatura comprendida entre 800 y 1000°C (de preferencia, 900°C) y a presión de 2-3 Torr, procedimiento que comprende el efectuar una reacción secundaria exotérmica, tal como la de oxi-reducción entre el polvo de aluminio y el óxido de hierro, que se calientan homogéneamente, en cantidad de 5% a 14% de la



mezcla, junto con los reactivos de la reacción primaria.

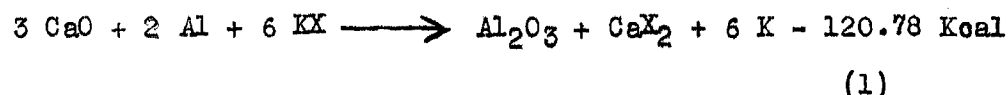
En particular, este procedimiento se realiza de preferencia mientras se alimenta el reactor con tabletas constituidas por las cuatro sustancias sólidas, es decir, por el carburo u óxido de calcio, el haluro potásico, el aluminio y el óxido de hierro, íntimamente mezcladas y en proporción adecuada.

La reacción endotérmica (1) es:

(a) Cuando se emplea carburo cálcico:



(b) Cuando se emplea óxido cálcico:



(donde X significa un átomo de halógeno).

La reacción exotérmica (2) es :



El calor necesario para la reacción endotérmica (1) de producción es suministrado por la reacción secundaria exotérmica (2); y la composición de las tabletas añadidas es tal que, en el sistema adiabático formado, el desarrollo de calor queda compensado.

La composición de las tabletas depende del tipo de compuestos potásico y cálcico que se emplea. De preferencia se emplea como compuesto potásico el producto obtenido de fundir el cloruro potásico cristalizado de solución acuosa.

25.



1320

Puede emplearse una calidad comercial de carburo cálcico con 80% de contenido de carburo, lo que corresponde a un desprendimiento de 280 litros normales de acetileno por kg de carburo.

5. He aquí dos formulaciones típicas, que carecen de sentido limitativo:

- |     |                              |                |
|-----|------------------------------|----------------|
| 10. | (A) Carburo cálcico. . . . . | 31,25% en peso |
|     | Cloruro potásico . . . . .   | 62,50% " "     |
|     | Oxido de hierro (en polvo)   | 4,69% " "      |
|     | Aluminio (en polvo). . . . . | 1,57% " "      |
|     | (B) Oxido cálcico. . . . .   | 21,4% en peso  |
|     | Cloruro potásico . . . . .   | 56,5% " "      |
|     | Oxido de hierro (en polvo)   | 11,5% " "      |
|     | Aluminio (en polvo). . . . . | 10,6% " "      |

15. Las tabletas compuestas con las cuatro substancias sólidas tienen un diámetro que varia de 8 a 16 mm, de preferencia de 16 mm; y una altura de 6 a 12 mm, de preferencia de 9 mm. Para evitar la formación de polvo, de prefiere emplear las tabletas de mayor tamaño.

20. Con el procedimiento que constituye el objeto de este invento se obtienen las siguientes ventajas, en comparación con los procedimientos conocidos y particularmente en comparación con el descrito en la solicitud de patente italiana N° 12849/60 (nuestro Caso N 49):

25. 1) Un notable aumento de la velocidad de reacción a con-



secuencia del suministro de calor que se origina de la oxirreducción que se produce entre el  $Fe_2O_3$  y el aluminio.

- 2) Un aumento del rendimiento de potasio metálico.
5. El equipo con que se efectúa el procedimiento de este invento es el mismo que se ha descrito en la solicitud de patente italiana N° 12849/60, depositada el 21 de Julio de 1960.
- Los ejemplos que siguen se dan unicamente con fin ilustrativo y no implican limitación para este invento.
- 10.

#### EJEMPLOS 1 a 8

- Se carga en el reactor la cantidad deseada de tabletas, se establece la presión de 2-3 Torr y luego se introduce el reactor en un horno de resistencia, preparado de antemano a la temperatura de trabajo; esta se restablece al cabo de media hora. Transcurrido el tiempo destinado a la preparación (que se llama "efectivo", porque es el tiempo de permanencia real a las condiciones termostáticas de trabajo), se retira del horno el reactor, se le enfría y se le descarga. Las tabletas empleadas tienen un diámetro de 16 mm y una altura de 9 mm.
- 15.
- 20.

- En la Tabla 1 figuran los resultados de ejemplos referentes a tabletas de 16 mm de diámetro y en que se actuó a la temperatura preferida de 900°C; se indican datos comparativos con las tabletas que no contienen polvo de aluminio ni óxido de hierro.
- 25.

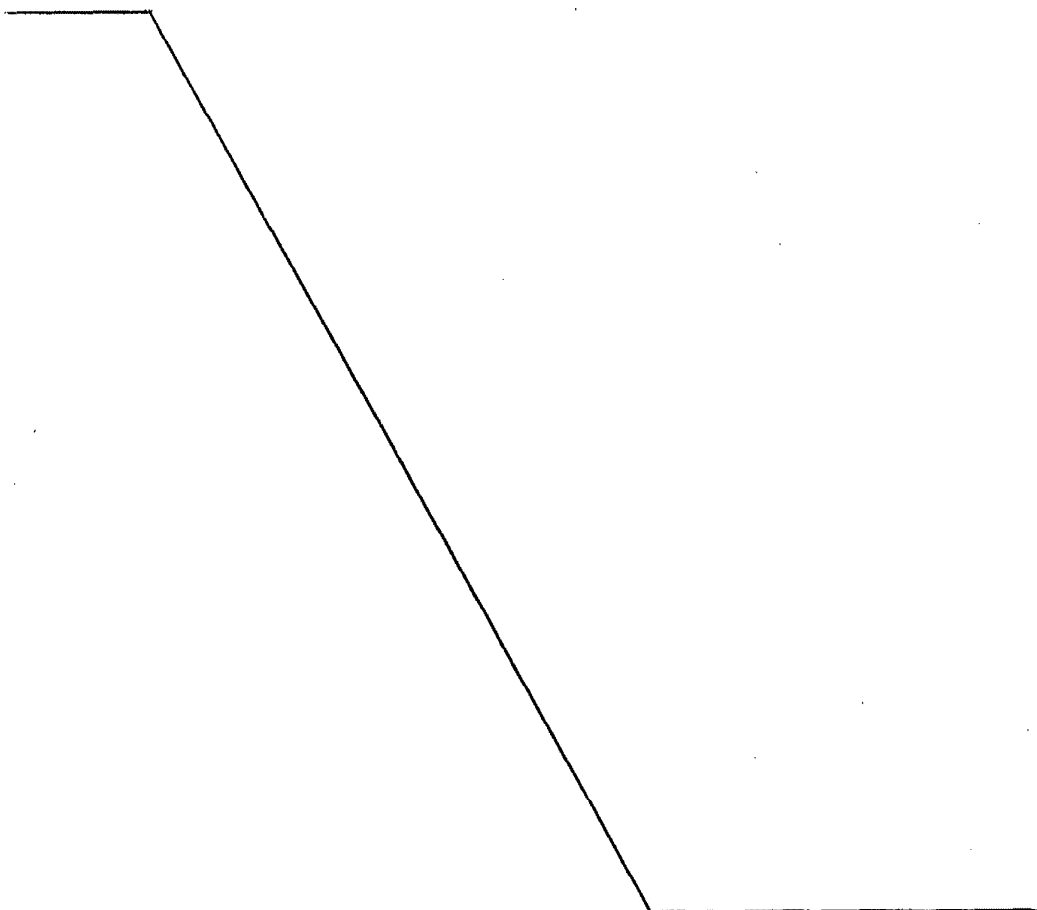


282320

El cloruro de potasio no convertido y vaporizado se recupera y vuelve a usar, a causa de su alto grado de pureza.

T A B L A 1

5. Preparación de potasio metálico por reacción entre  $\text{CaC}_2$  y  $\text{KCl}$ , en forma de tabletas (16 mm de diámetro, 9 mm de altura), solas o con adición de aluminio y óxido de hierro.



28232



Ejemplo		1	2	3	4	5	6	7	8
5.	Composición de las tabletas:								
	-carburo de calcio (grado 80%)	%	33.3	31.25	como en el Ejemplo 2		33.3	33.3	31.25
	-KCl fundido	%	66.7	62.50	como en el Ejemplo 2		-	-	-
	-KCl no fundido	%	-	-	como en el Ejemplo 2		66.7	66.7	62.50
	-óxido de hierro (en polvo)	%	-	4.68	como en el Ejemplo 2		-	-	4.68
10.	-aluminio(en polvo)	%	-	1.57	como en el Ejemplo 2		-	-	1.57
	Carga de tabletas	kg	2.3	2.3	2.3	2.3	2.3	2.3	2.3
	Temperatura	°C	900	900	900	900	900	900	900
	Duración de la reacción	h	3	0.5	1	2	3	2	3
15.	Potasio metálico obtenido	kg	0.437	0.460	0.495	0.523	0.545	0.479	0.506
	KCl recuperado	kg	0.125	-	0.055	0.110	0.132	0.100	0.204
	Potasio en peso por Kg de tabletas	kg	0.190	0.200	0.215	0.227	0.237	0.208	0.220
20.	Rendimiento en relación al KCl	%	59.1	61.0	68.3	75.2	79.7	63.7	72.6
	Rendimiento en relación al CaC <sub>2</sub>	%	58.5	65.5	70.5	74.6	77.7	62.2	67.7

2 82320



La invención, dentro de su esencialidad, puede ser desarrollada en otras formas de realización que difieran en detalle de la indicada a título de ejemplo, a las cuales alcanzará igualmente la protección que se recaba. Podrá, pues, realizarse con los medios y aparatos más adecuados, por quedar todo ello comprendido dentro del espíritu de las reivindicaciones.



282320

NOTA

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la solicitud de patente italiana n° 20.294/61 del 20 de Noviembre de 1.961.

5. 1. Un procedimiento para preparar potasio metálico por medio de la reacción entre el carburo o el óxido cálcicos y un haluro potásico, a temperatura del orden de 800° a 1000°C, y de preferencia de 900°C, bajo presión de 2-3 Torr, caracterizado por el hecho de que una porción, por lo menos, del calor necesario es suministrado por una reacción secundaria exotérmica entre polvo de aluminio y óxido de hierro, que se mezclan homogéneamente, en cantidad de 5% a 14% de la mezcla.
10. 2. Un procedimiento conforme a lo definido en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que la mezcla de reactivos se emplea en forma de tabletas que tienen un diámetro de 8 a 16 mm, de preferencia de 16 mm, y una altura de 6 a 12 mm, de preferencia de 9 mm.
15. 3. Un procedimiento conforme a lo definido en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que en concepto de haluro potásico se emplea el cloruro potásico.
- 20.



282320

4. Un procedimiento conforme a lo definido en la reivindicación precedente, caracterizado por el hecho de que el cloruro potásico se cristaliza del agua y a continuación se funde.
5. 5. Un procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por el hecho de que el carburo de calcio tiene un contenido de acetileno superior a 280 litros normales por kg.
10. 6. Un procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por el hecho de que la mezcla reaccional está constituida por 31,25% de carburo cálcico, 62,50% de cloruro potásico, 4,68% de óxido de hierro en polvo y 1,57% de polvo de aluminio, en peso.
15. 7. Un procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por el hecho de que la mezcla reaccional se compone de 21,4% de óxido cálcico, 58,5% de cloruro potásico, 11,5% de óxido de hierro en polvo y 10,6% de polvo de aluminio.
20. 8. Un procedimiento para preparar potasio metálico. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 9 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 9 de Noviembre 1962

MONTECATINI SOCIETA' GENERALE PER  
L'INDUSTRIA MINERARIA E CHIMICA

p.a.

JAKME ISEPN MIRALLES

Handwritten signature of Jaime Isepn Miralles.