

287675

PATENTE DE INVENCION

I.C.I. Case Nº 2.16046

Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento de obtención de sulfatos
alcalinos"

==.==.==.==.==.==

Solicitante:

SCOTTISH AGRICULTURAL INDUSTRIES LIMITED, entidad es-
cocesa, residente en 39 Palmerston Place, Edinburgh,
Escocia.

==.==.==.==.==.==

Este invento se refiere a perfeccionamientos
en, o relativos a, la producción de sulfato de sodio o
de sulfato de potasio, a continuación denominado un
sulfato alcalino, y más especialmente a un sulfato al-
calino de forma granular.

-4 MAY.



- 2 -

287675

Es sabido que un sulfato alcalino puede prepararse por la reacción de un cloruro alcalino y ácido sulfúrico a temperaturas elevadas. Existen dos inconvenientes para la aplicación de esta reacción. Uno de ellos es la formación de un bisulfato alcalino, como producto intermedio, en el transcurso de la reacción. Este bisulfato alcalino tiene un punto de fusión inferior a la temperatura en que se desarrolla una parte apreciable de la reacción. Esto hace difícil el conservar la mezcla de reacción en estado pulverulento. Un segundo inconveniente, que puede presentarse parcialmente como resultado del primero, es la completa volatilización del cloruro de hidrógeno formado en la reacción, para conseguir un producto exento de cloruro. Para obtener un producto libre de cloruro, se emplean generalmente temperaturas elevadas próximas a 700-800°C.

El objeto de este invento es proporcionar un procedimiento que permita la producción de un sulfato alcalino granulado, prácticamente exento de cloruro, por la reacción de cloruro alcalino y ácido sulfúrico a temperaturas relativamente bajas, y de tal modo que el período de tiempo en el que el bisulfato alcalino intermedio existe, sea de duración limitada.

De acuerdo con este invento, el procedimiento para la obtención de un sulfato alcalino comprende el añadir -en cantidades estequiométricas apropiadas, un cloruro alcalino y ácido sulfúrico, por lo menos en una zona localizada de una corriente de recirculación de partículas mantenidas a una temperatura de 350°C a por debajo del punto de fusión del mencionado sulfato

- 4 MAY 1966



- 3 - 287675

5. alcalino- de tal modo que las partículas conserven prácticamente sus características de soltura y se formen capas superpuestas prácticamente secas y libres de ácido sobre las mencionadas partículas, para formar de este modo un producto final granulado, del tamaño deseado.

10. La re-circulación de la corriente de partículas es de un grado tal, y la formación del producto granulado final se realiza en condiciones tales, que la relación entre el primer factor y el segundo, que se denomina relación de re-circulación, puede ser, por ejemplo de entre 20:1 y 1.000:1. Por debajo del límite inferior, las partículas del lecho o capa tienden a aglomerarse. El límite superior se fija en la

15. cifra indicada, dado que aunque técnicamente es posible, las condiciones mecánicas de cualquier equipo para llevar a cabo el procedimiento en un grado razonable de producción, tenderían a no ser prácticas. Esta relación de recirculación está regulada por factores

20. tales como el tiempo de circulación, el tamaño de las partículas y la temperatura y, desde luego, la concentración del ácido, factor final que afecta la cantidad de agua que ha de evaporarse durante el curso de la reacción.

25. Las partículas móviles sobre las cuales se aplica la reacción pueden ser de cualquier material que constituya un núcleo satisfactorio, o sea que, por ejemplo, no se funda, descomponga o reaccione en ningún grado apreciable, sometido a las condiciones

30. reinantes.

-4 MAY. 19



- 4 -

287675

5. Con preferencia las partículas citadas son de sulfato alcalino subproducto, y se revisten del mismo para dar un producto constituido por sulfato alcalino prácticamente por completo. Dichas partículas pueden ser sin embargo de cloruro alcalino, aunque uno de los reactivos del procedimiento, en la práctica, pueda revestirse rápidamente con sulfato alcalino no-reactivo. El roce hace que una parte del sulfato alcalino formado se desintegre para producir nuevos núcleos de sulfato

10. alcalino.

15. En el procedimiento a que este invento se refiere, el grado de adición de dichos reactivos a las superficies recién expuestas de la corriente o masa móvil de un exceso sometidas a circulación, y el grado de fluencia y la temperatura de dicha corriente o masa móvil, están relacionadas entre sí de tal modo que permiten que en toda la masa móvil o corriente, el contenido de humedad de la misma, debido a la adición de dichos reactivos, sea tal que los gránulos no pierdan

20. sus características de soltura.

Además, durante la adición mencionada de dichos reactivos, se prefiere que para un grado dado de adición de reactivo, una fracción tan elevada como sea posible de las partículas de dicha corriente, alcance

25. una capa superficial de reactivos en cualquier ciclo, dado que esto permite una elevada relación de la proporción de adición de reactivo con respecto al grado de recirculación.

30. Con preferencia los reactivos se mezclan entre sí antes de la adición; esto puede hacerse conti -

-4 MAY. 196



287675

- nuamente. La mezcla puede ser una solución coleccionada, según la temperatura y la concentración del ácido. Si la lechada ha de añadirse a una temperatura ambiente, o sea alrededor de 20°C, la concentración del ácido, con preferencia, no ha de exceder de 60% de H_2SO_4 , para su manejo por ejemplo en las bombas. Con preferencia, sin embargo, si la lechada se mantiene entre 80 y 120°C hasta el punto de adición a la corriente o masa móvil
5. citadas de partículas, la concentración de ácido sulfúrico puede ser tan elevada como el 70% de H_2SO_4 . A estas temperaturas, puede desprenderse una cantidad apreciable de ácido clorhídrico, antes de la adición de la mezcla de reactivos a la corriente o masa móvil de películas.
- 10.
15. Las partículas móviles a que se añaden los reactivos pueden estar a una temperatura comprendida entre los límites de reacción indicados, o a voluntad, pueden estar a temperatura inferior. Se prefiere que la adición se realice a las partículas a las temperaturas más elevadas de reacción, ya que la rápida evolución de vapor de agua y la reacción inicial que se desarrolla, hacen posible añadir una mayor proporción de reactivos sin dar lugar a que las partículas pierdan sus características de soltura. La temperatura inferior de limitación de 350°C para la reacción, está regulada por el grado mínimo aplicable de reacción, mientras que el límite superior es la temperatura próxima al punto de fusión del producto, en la que las partículas perderían sus características de soltura.
- 20.
- 25.
30. El punto de fusión del sulfato sódico puro es de 884°C,



287275

287675

y el del sulfato potásico puro, de 1076°C, pero la presencia de impurezas puede reducir estas temperaturas. La temperatura de reacción preferida, para usarse en el procedimiento de este invento, es de 400 a 500°C.

5. Con objeto de usar eficientemente el calor de las partículas, con preferencia, se hacen recircular interiormente en un reactor único, que permite también la eliminación de cloruro de hidrógeno prácticamente sin impurificar por ninguno de los gases de combustión, lo cual constituye el objeto de la patente británica 907.900.
- 10.

Por vía de ejemplo, se describe a continuación una preparación de laboratorio de acuerdo con el procedimiento de este invento, de sulfato sódico granulado.

15.

Se cargan en un horno cilíndrico horizontal de 203 mm de diámetro y 203 mm de longitud, que funciona a 20 revoluciones por minuto, 100 g de partículas de sulfato sódico (prácticamente de 1 a 2 mm de diámetro) obtenidas en una preparación previa. El tambor se cierra por un extremo y el material del interior del mismo se hace recircular por la acción de rodadura al mismo comunicada por el giro del tambor.

20.

En funcionamiento, la temperatura de estas en el tambor se mantiene de 450° a 500°C, mediante una llama de gas que choce directamente sobre las partículas.

25.

Por medio de un tubo, se añade a intervalos a las partículas del tambor una lechada de reactivos de 571 g de ácido sulfúrico al 56,6% y 380 g de cloruro sódico;

30.

los intervalos citados se determinan por estimación



- 7 - 287675

del contenido de cloruro en las muestras en ensayo.

5. Por vía de segundo ejemplo, se describe a continuación una preparación de laboratorio, de acuerdo con el procedimiento de este invento, de sulfato potásico granulado.

10. El aparato usado para esta preparación, es el tambor que acaba de describirse. Se colocan en el tambor, 100 g de partículas de sulfato de potasio (1 a 2 mm. de diámetro), obtenidas en una preparación previa, que se mantienen a una temperatura de 450° a 500°C. Por medio de un tubo se añade a las partículas del tambor, a intervalos que se determinan por estimación del contenido de cloruro de las muestras en ensayo, una lechada de reactivos, constituida
15. por 458 g de ácido sulfúrico al 49,4% y 331 g de cloruro potásico.

20. Como tercer ejemplo de producción en mayor escala, de acuerdo con el procedimiento de este invento, de un sulfato potásico tipo abono, se describe a continuación con referencia al granulador representado en el dibujo esquemático adjunto.

25. Se colocan en un horno cilíndrico horizontal, como se representa en el dibujo esquemático, 9,08 kg de partículas de sulfato potásico (prácticamente de 1 a 2 mm de diámetro) obtenidas en una operación anterior. El tambor rotativo 1 de unos 61 cm de diámetro y 45,7 cm de longitud, que gira a 20 revoluciones por minuto, está cerrado por un extremo 2, en el que existe una
30. combinación de seis cangilones internos 3 de ascenso,



287675

5. cada uno de una capacidad de 454 g aproximadamente, para elevar las partículas y trasladarlas a una guía exteriormente sostenida 4 del interior del tambor e inclinada hacia abajo desde el extremo cerrado 2 hacia el extremo abierto del tambor. En el interior de la guía 4 descarga un tubo 5 procedente del extremo abierto del tambor. El horno está dotado de medios de calefacción en forma de mecheros exteriores de gas 6.

10. En funcionamiento, la rotación del tambor hace que las partículas circulen hacia la parte inferior de la guía, a razón de 56,75 kg/minuto aproximadamente. La temperatura de las partículas en la guía se mantiene a 460°C. Por medio del tubo 5, a las partículas que circulan hacia abajo en la guía, se les
15. añade una lechada de reactivos, 3,45 partes de ácido sulfúrico al 54,5%, más 2,74 partes de cloruro potásico tipo abono. Las partículas descargadas de la guía en el extremo abierto del tambor, se desplazan desde dicho extremo hacia el extremo cerrado del mismo tambor,
20. éste se calienta por la acción de los quemadores de gas 6 exteriores. El ritmo de adición de los reactivos es tal, que se obtengan 257 g de sulfato potásico producto, por minuto, o sea una relación de re-circulación de 250:1. Las partículas se separan periódicamente de
25. la corriente de re-circulación, se tamizan para separar las de producto de un tamaño determinado, y las partículas de tamaño anormal, pasando de nuevo al reactor después de machacarlas, si es preciso. El producto, de un tamaño tal que atravesase el tamiz de 5 pulgadas
30. (Norma Británica) y sea retenido por el tamiz de 12



pulgadas (Norma Británica) se comprueba que contiene 98% de K_2SO_4 , junto con 1,3% de H_2SO_4 y 0,6% de KCl.

NOTA

5. Descrita suficientemente la naturaleza del invento así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento
10. se refiere a una solicitud de patente británica, presentada con fecha 4 de mayo de 1.962, nº 17167/62, acogándose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y
15. por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España: "PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE SULFATOS ALCALINOS"; caracterizándose por lo siguiente:
- 18.- Procedimiento de obtención de sulfatos alcalinos, caracterizado por comprender el añadir en
20. proporciones estequiométricas controladas, un cloruro alcalino y ácido sulfúrico, por lo menos en una zona localizada de una corriente de recirculación de partículas mantenidas a una temperatura comprendida entre 350°C y por debajo del punto de fusión del sulfato
25. alcalino, en condiciones tales que las partículas conservan prácticamente sus características de soldadura, y se formen capas prácticamente secas y libres de ácido, de sulfato alcalino, sobre dichas partículas, con objeto de dar lugar a un producto final granulado, de
30. tamaño deseado.



- 10 -

287675

- 2ª.- Procedimiento según reivindicación 1ª, caracterizado porque la re-circulación de la corriente de partículas se realiza a un grado tal y la formación del producto granular se lleva a cabo a un grado tal
5. que la relación entre el primero y el segundo de dichos grados está comprendida entre 20:1 y 1.000:1.
- 3ª.- Procedimiento según reivindicación 1ª y 2ª, caracterizado porque dichas partículas son de sub-productos revestidos con sulfato alcalino.
10. 4ª.- Procedimiento según lo especificado en cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el cloruro alcalino y el ácido sulfúrico se mezclan juntos antes de la adición.
15. 5ª.- Procedimiento según reivindicación 4ª, caracterizado porque la mezcla resultante es del tipo de lechada, mantenida a la temperatura ambiente hasta el punto de adición a dicha corriente, y la concentración de ácido sulfúrico no excede del 60%.
20. 6ª.- Procedimiento según reivindicación 4ª, caracterizado porque la mezcla resultante es del tipo de lechada mantenida entre 80 y 120°C, hasta el punto de adición a dicha corriente, y la concentración del ácido sulfúrico no excede de 70%.
25. 7ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la corriente de partículas se mantiene a una temperatura comprendida entre 400 y 500°C.
30. 8ª.- "Procedimiento de obtención de sulfatos alcalinos"; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria e ilustrado en el adjunto di-

- 4 MAY



- 11 -

287675

bujo.

Esta memoria consta de once hojas escritas
a máquina por una sola cara.

Madrid,

- 4 MAY 1963

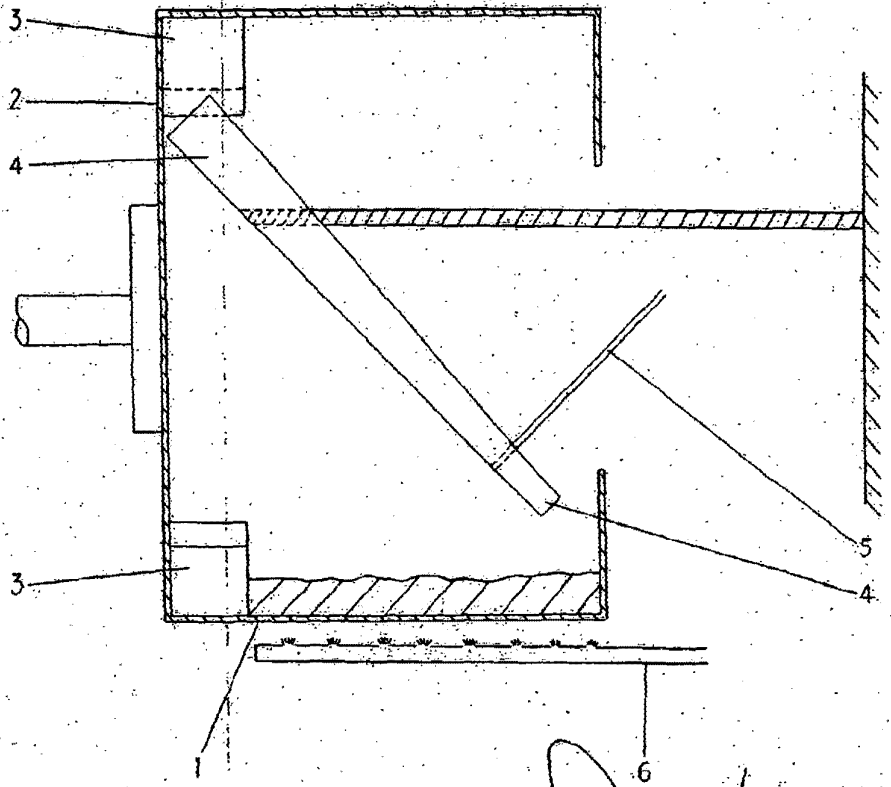
SCOTTISH AGRICULTURAL
INDUSTRIES LIMITED.-

GOMEZ ACEBO Y MODEI



ESCALA VARIABLE

2 27875



[Handwritten signature]
Madrid, - 4 MAY, 1904
J. GOMEZ ACHAC V. FIGUEROA