



-8 ABO. 1972

P.- 51.620

Z3-PA.MH/ME

405655

405655

Memoria descriptiva

Int. Cl. ² : CO1F

F.E. 5-5-75

para solicitar PATENTE DE INVENCION por VEINTE años

a nombre de KALI-CHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT

entidad alemana

con domicilio en Hans-Böckler-Allee 20, 3 Hannover,
República Federal Alemana.

por: "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE CARBONATO DE
ESTRONCIO"
(Clase Internacional CO1f)

405655



En la memoria descriptiva de la patente española nº 375.863 se describen un procedimiento y un dispositivo para la preparación de carbonato de bario. De acuerdo con este procedimiento una solución de sulfuro de bario es in-

5 troducida en una columna con mecanismo de agitación la cual, tal como se representa en la figura 1, consiste en un recipiente cilíndrico 1, que está unido con un recipiente de mantenimiento 2 con un mecanismo de agitación 2a y que está provisto con un mecanismo de agitación 3 con varios brazos

10 agitadores 4 y en cuyas paredes están colocados platos intermedios 5, los cuales están provistos con una parte rebajada o hundida 6, de manera que resultan varios espacios de reacción 7, que están unidos entre sí por medio de tubos 8, los cuales están colocados o bien sobre las paredes del

15 recipiente o bien en los platos intermedios, mientras que el dióxido de carbono es introducido por 10 en la parte inferior de la columna. Por 12 se evacúa el sulfuro de hidrógeno resultante y por 13 sale la suspensión de $BaCO_3$.

De acuerdo con una forma de realización preferida del procedimiento la adición de CO_2 o de solución de sulfuro de bario se regula dependiendo de la conductividad del líquido de reacción en el tercio inferior de la columna después de que ha reaccionado al menos 80 % del bario introducido para formar carbonato.

25 El procedimiento, en relación con los procedimien



405655

5 tos hasta ahora conocidos para la preparación de carbonato de bario posee diferentes ventajas, tales como la posibilidad de trabajar de modo continuo; además de ello el carbonato de bario obtenido se caracteriza por un contenido de azufre especialmente pequeño.

10 Se ha encontrado ahora que este procedimiento, con todas las ventajas que se citaron en la patente española nº 375.863, puede utilizarse para la precipitación de carbonato de estroncio. De acuerdo con el procedimiento del invento, de modo enteramente análogo a como se describe en la patente española nº 375.863 para la preparación de carbonato de bario, se añade una lejía de sulfuro de estroncio desde arriba, por 11, en la columna con mecanismo de agitación representado en la figura 1, mientras que al mismo tiempo se introduce por 10, desde abajo, CO_2 . En la parte inferior D de la columna, en la cual prácticamente sólo existe una suspensión de carbonato de estroncio, se hace reaccionar el $\text{Sr}(\text{SH})_2$ restante que eventualmente todavía está presente para formar carbonato de estroncio, y el sulfuro de hidrógeno disuelto físicamente en la suspensión es expulsado por el CO_2 introducido. El gas que se acumula en la parte superior 7 de la zona inferior D y que consiste en lo esencial todavía en CO_2 con pequeñas porciones de H_2S , es conducido a continuación a través del tubo en U 8 a la parte inferior de la siguiente zona C. En ésta

15

20

25

405655

sirve prácticamente sólo para precipitar carbonato de estroncio a partir del $\text{Sr}(\text{SH})_2$ presente.

A causa de la concentración de SrS ya pequeña en esta zona C se aconseja medir aquí la conductividad, con
5 cuya ayuda se gobierna la adición de CO_2 o la dosificación de la solución de sulfuro de estroncio. Este gobierno de la dosificación de los participantes en la reacción manteniendo constante la conductividad en valores por debajo de
10 10 mS/cm, preferiblemente entre 3 y 5 mS/cm, hace posible un funcionamiento uniforme y homogéneo de la columna.

La dosificación del dióxido de carbono y/o también de la solución de sulfuro de estroncio puede realizarse naturalmente también de otro modo.

La fijación de la conductividad en un valor
15 constante tiene lugar mediante el consumo de yodo determinado de una vez por todas en el extremo de la columna. Este no debe sobrepasar los 10 ml. de una solución 0,1 N de yodo para 100 ml. de suspensión o lechada de SrCO_3 , lo cual corresponde a una reacción casi total para formar
20 SrCO_3 .

El gas que sale de la zona C, el cual en su mayor parte consiste todavía en CO_2 , es conducido de nuevo a la parte inferior de la siguiente zona B. Este reacciona también aquí en primer lugar con el $\text{Sr}(\text{SH})_2$ ya formado así como con el restante $\text{Sr}(\text{OH})_2$. El gas que se des-
25



405655

prende de esta zona B contiene ahora predominantemente H_2S con porciones de CO_2 . Es conducido a la parte superior A. Aquí reacciona con $Sr(OH)_2$ para formar $SrCO_3$, y al mismo tiempo tiene lugar la reacción entre $Sr(OH)_2$ y sulfuro de hidrógeno para formar $Sr(SH)_2$. También tiene lugar una reacción entre $Sr(SH)_2$ y CO_2 .

El gas de escape que sale de la columna contiene casi exclusivamente sulfuro de hidrógeno; el carbonato de estroncio casi puro sale por 13.

10 La concentración de la solución de sulfuro de estroncio carece de importancia. Por razones económicas se la escogerá con un valor no demasiado pequeño, y concentraciones apropiadas se encuentran entre 30 y 70 g/l. Para la temperatura de reacción hay que tener en cuenta que el SrS es más difícilmente soluble que el BaS ; por lo tanto, la temperatura de reacción se ha de escoger con un valor algo más elevado, por ejemplo entre 60 y 90° C. Convenientemente el CO_2 es introducido en un pequeño exceso.

20 La ventaja del procedimiento de acuerdo con el invento estriba en el modo de trabajo continuo, con lo cual se hace considerablemente más rentable la preparación de carbonato de estroncio. Otra ventaja esencial más consiste en que la impurificación con azufre del carbonato de estroncio resultante es pequeña, de modo que el producto puede ser llevado a utilización sin purificación adicional.



-8 ABO 1972

405655

nal. Mediante lavado con lejía de sosa se puede disminuir todavía más, cuando se desee, el contenido de azufre.

Ejemplo.

5 En la columna con mecanismo de agitación con un contenido de 200 litros, que se representa en la figura 1, se introducen por 11, cada hora, 100 litros de lejía de sulfuro de estroncio con una concentración de 65 g de SrS/litro y una temperatura de 73°C. La cantidad de SrS que se añade por hora es por consiguiente de 6500 g, lo
10 cual corresponde a una adición de iones Sr de 4.758 g.

Por abajo, por 10, se introducen cada hora 2.600g, es decir 1.335 litros de CO₂.

Al comienzo de reacción, en el extremo de la columna se determina el consumo de yodo. Este asciende a 7 ml
15 de solución N/10 de yodo para 100 ml de la suspensión de SrCO₃.

En la parte inferior de la zona C se retira una corriente parcial de la solución y se la conduce a través de un aparato medidor de conductividad 9 exento de electro-
20 dos. A causa de la reacción prácticamente total en el extremo de la columna resulta en este punto un valor de conductividad de 3 mS/cm, lo cual corresponde a 3 g de SrS/litro o a un grado de transformación de 95%. Con desviaciones desde este valor se modifica la cantidad introducida
25 de CO₂ y se gobierna adecuadamente la introducción. Si la



- 8

405655

5 conductividad se eleva por encima de este valor, mediante un circuito eléctrico se pone en accionamiento una válvula de regulación y se aumenta la introducción de CO_2 , de manera que se garantiza un grado de transformación prácticamente cuantitativo. Análogamente, al disminuir la conductividad se disminuye la cantidad introducida de CO_2 . De este modo se procura que durante toda la operación de precipitación la conductividad sea mantenida constante en un valor de 3 mS/cm, de manera que siempre se logre en la práctica un rendimiento cuantitativo.

10

El gas que sale de la columna por 12 consiste en 92% de sulfuro de hidrógeno y en 8% de dióxido de carbono.

En el rebosadero del recipiente de mantenimiento 2 salen por 13, cada hora, 7937 g de SrCO_3 ; esto corresponde a un rendimiento de 99%, referido al SrS empleado.

15

Si la concentración de la solución añadida de sulfuro de estroncio es aumentada a 70 g de SrS/litro, y se mantiene constante el valor de la conductividad en la zona C en 3 mS/cm, aumenta automáticamente la cantidad añadida de CO_2 desde 1335 litros por hora a 1436 litros por hora. En este caso salen por el rebosadero del recipiente de mantenimiento 8547 g de SrCO_3 por hora.

20

El análisis del carbonato de estroncio seco proporciona los siguientes valores:

405655



27 FEB. 1975

	SrCO ₃	98,50 %
	SrS	0,20 %
	S global	0,80 % en forma de SrSO ₄
	Correspondiente a	0,139% en forma de S ²⁻
5	Densidad aparente	0,40 g/cm ³
	Densidad en estado compac to	0,80 g/cm ³

La presente solicitud, que corresponde a la presen
tada en la República Federal Alemana, el 9 de Agosto de 1971
con el número P 21 39 818.5, se acoge a los beneficios del
10 artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

- REIVINDICACIONES -

15

Los puntos de invención propia y nueva que se pre
sentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de
20 Invención en España por VEINTE años, son los que se recogen
en las reivindicaciones siguientes:

1ª.- Procedimiento para la preparación de carbo-
nato de estroncio, caracterizado porque se introduce una so-
lución de sulfuro de estroncio en una columna con mecanismo
25 de agitación que está constituida por un recipiente cilíndri

25-2-75

40565527 FEB 1975



co (1), que está unido con un recipiente de mantenimiento (2) con un mecanismo de agitación (2a) y que está provisto de un mecanismo de agitación (3) con varios brazos agitadores (4) y en cuyas paredes están colocados platos intermedios (5), los cuales están provistos de una parte rebajada o hundida (6), de manera que resultan varios espacios de reacción, que están unidos entre sí por medio de tubos (8), los cuales están colocados o bien sobre las paredes del recipiente o bien en los platos intermedios, y porque en la columna con mecanismo de agitación se incorpora dióxido de carbono en contracorriente con dicha solución de sulfuro de estroncio.

2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la adición de CO_2 o de solución de sulfuro de estroncio es regulada en el tercio inferior de la columna dependiendo de la conductividad del líquido de reacción, después de que ha reaccionado al menos 80% del estroncio introducido para formar carbonato.

3ª.- Procedimiento para la preparación de carbonato de estroncio.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y para los fines que se han especificado.

25

25-2-75

405655 27 FEB. 1975

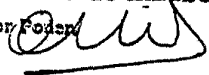


Esta Memoria consta de diez hojas escritas a
máquina por una sola cara.

5

Madrid,
P.A.

27 FEB. 1975

Alberto de Elzaburu
Por Poder


25-2-75
jui

