

EB/. =

MEMORIA DESCRIPTIVA

para una patente de invencion, por veinte años, por = Procedimiento de lixiviacion del fosfato bruto. = a favor de la razon social Kunstdünger Patent - Verwertungs - Aktien - Gesellschaft, residente en Glarus (Suiza). =

"="="="="="="="="="="="="="="="="="="

Cuando el fosfato bruto es lixiviado con el acido sulfurico o soluciones acidas que contienen sulfatos alcalinos para producir acido fosforico o fosfatos solubles, la cal del fosfato bruto es transformada en sulfato de calcio insoluble, mientras que el acido fosforico es disuelto. En operaciones analogas de lixiviacion se ha encontrado que es dificil el obtener un rendimiento cuantitativo, prinnipalmente a causa del hecho, de que el sulfato de calcio se deposita en una capa estanca sobre los granos mas gruesos del fosfato bruto e impide asi al liquido de lixiviacion el disolver estos granos completamente. Con vistas a obtener un buen rendimiento, ha sido por consecuencia, juzgado necesario, el trabajar en estas operaciones de lixiviacion, con un fosfato bruto muy finamente triturado y clasificado. Otra circunstancia que provoca igualmente una reduccion del rendimiento consiете, en que en el momento de la lixiviacion de algunos fosfatos brutos, parti-

- 3 ABR 1929

- 2. -



cularmente de los fosfatos brutos que contienen un porcentaje elevado de carbonato, el sulfato de calcio es precipitado bajo una forma cristalina tal, que es muy difícil el separarlo de la solución formada y por esta razón ha sido necesario, por ejemplo, en la producción de ácido fosfórico, el trabajar solamente con clases especiales de fosfatos brutos y el emplear para la lixiviación un ácido comparativamente diluido.

El objeto de la presente invención es el de alejar estos inconvenientes y hacer posible la obtención de muy buen resultado sin un triturado especialmente fino del fosfato bruto, y el hacer de manera además que todas las clases de fosfatos brutos puedan ser utilizados en la operación de lixiviación y que se puedan producir directamente soluciones relativamente concentradas.

El procedimiento consiste en que el sulfato de calcio es precipitado directamente como semi-hidrato  $/2\text{CaSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}/$  en el momento de lixiviación, o bien en que es transformado en el mismo en semi-hidrato de una manera apropiada después de la precipitación, a continuación, de lo cual este semi-hidrato es llevado a cristalizarse en yeso  $/\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}/$  que es entonces separado de la solución de una manera conocida o apropiada. El semi-hidrato del sulfato de calcio es obtenido directamente por el hecho de que el fosfato bruto es lixiviado a una temperatura elevada (habitualmente superior a  $90^\circ \text{C}$ ) y con una solución muy fuertemente concentrada, o bien por el hecho de que el fosfato bruto, es desde luego, lixiviado a una temperatura inferior con una solución muy fuerte, de manera a precipitar, ante todo, el sulfato de calcio en el estado de yeso y que la temperatura de la solución sea a continuación elevada. Cuando el líquido de lixiviación es a continuación refrigerado o diluido, con el semi-hidrato de sulfato de calcio existente en el líquido, el semi-hidrato re-cristalizado en el estado de yeso, los granos incompletamente disueltos de fosfato bruto que estaban cubiertos por los cristales de semi-hidrato, son entonces desprendidos y sometidos a un nuevo ataque del



liquido de lixiviacion, de forma que los citados son disueltos de una manera practicamente completa. Para facilitar la recristalizacion, de los cristales de yeso, puede preferentemente ser añadido al liquido de lixiviacion en el momento de la refrigeracion o de la dilucion, sulfato de calcio, siendo entonces precipitado principalmente sobre estos cristales a medida que el semi-hidrato es disuelto. Haciendo variar la dimension y la cantidad de los cristales de yeso añadidos, los cristales de yeso ultimos, pueden ser producidos bajo cualquiera de las dimensiones que se deseen. Es importante, que los cristales añadidos, sean cortos y compactos, conocido que se obtiene entonces en el momento de la recristalizacion, un yeso que puede ser facil y efectivamente separado de la solucion porque en el momento de la filtracion da el mismo un residuo de filtrado muy compacto, facil de lavar, o bien cuando se efectua una decantacion, se deposita rapidamente el mismo para dar un volumen relativamente pequeño de lodo.

Con vistas a producir cristales de yeso que convengan como adiccion en la recristalizacion del sulfato de calcio para hacerlo pasar del semi-hidrato al estado de yeso y para obtener al mismo tiempo que el yeso abandone el sistema bajo la forma de cristales de la dimension deseada, la operacion se efectua preferentemente de la manera siguiente/: El liquido de lixiviacion con los cristales de yeso de dimensiones diferentes en suspension en el liquido, son trasladados despues de la terminacion de la recristalizacion, que es preferentemente ejecutada en un recipiente separado del recipiente de lixiviacion, a un aparato por ejemplo, un clasificador de un tipo conocido, en el cual los cristales grandes son separados de la masa principal de la solucion que contiene todavia los pequeños cristales en suspension. Los cristales grandes separados, pueden a continuacion ser libertados de la solucion adherente por succion y lavados en un filtro o ser tratados de cualquier otra manera conocida para la recuperacion de la solucion fosfatica adherente, despues de lo cual, el liquido de lavado es preferentemente enviado al recipiente de lixiviacion. Desembarazada la

solucion de los cristales grandes de yeso, y conteniendo los cristales pequeños de yeso en suspension, es preferentemente enviada a una cuba de decantacion, en la cual se deja se deposite el yeso de forma que la solucion pueda ser decantada. El lodo del fondo, consistente en pequeños cristales de yeso con una pequeña cantidad de solucion, es entonces vuelto a llevar al recipiente de recristalizacion, en el cual, los pequeños cristales tienen la facilidad de acrecer y obtener asi, las dimensiones deseadas. Obtienese generalmente de esta manera, pequeños cristales y cristales grandes, de manera que la operacion puede ser proseguida de manera continua.

Ejemplo 1º. - 340 gr. de acido sulfurico a 78 % son diluidos por medio de 309 gr. de una solucion de acido fosforico que contenga 15.5 % de  $H_3PO_4$  y son calentados a una temperatura comprendida entre  $90^\circ C$  y el punto de ebullicion de la solucion. 300 gr. de fosfato bruto pulverizado son tratados en 309 gr. de acido fosforico de la misma concentracion y la mezcla es entonces añadida por pequeñas partes a la solucion caliente de acido sulfurico. Aproximadamente despues de una hora de lixiviacion, se agrega una mezcla de 100 cc. de solucion de acido fosforico procedente de una lixiviacion anterior y que contenga 30 % de  $H_3PO_4$  y alrededor de 40 gr. de yeso y 309 gr. de acido fosforico diluido conteniendo 15.5 % de  $H_3PO_4$ . La temperatura decrece mediante esta adicion aproximadamente de  $100^\circ C$  a  $80^\circ C$ , y es entonces mantenida a  $70 - 80^\circ C$ , durante cuatro o cinco horas, con agitacion, hasta que la recristalizacion esta terminada. Durante la ultima parte de la recristalizacion, es puesto en libertad el gas, lo que provoca una espuma que prueba claramente que los granos de fosfato bruto han sido puestos en libertad en el momento de la recristalizacion y han podido asi, ser de nuevo atacados por el liquido acido de lixiviacion. Antes de la recristalizacion, el liquido de lixiviacion era muy viscoso y es pesado, pero despues de ella, es fluido y corre con una facilidad relativa. El yeso recristalizado se deposita a una velocidad aproximada de 40 centimetros a la hora y deja de 55 a 60 % del volumen total como solucion clara. La cantidad de 927 gr. de acido fosforico diluido, que

contiene 15.5 % de  $H_3FO_4$ , empleada en la experiencia, corresponde al liquido de lavado que es obtenido en el momento de un lavado, efectivo de la cantidad de yeso correspondiente al fosfato bruto.

Ejemplo 2º. - 600 gr. de una solucion que contenga 150 gr. de sulfato de amonio, 63 gr. de nitrato de amonio, 15 gr. de fosfato de amonio y 7 gr. de acido fosforico. Esta solucion que corresponde en cuanto a su composicion a la del liquido de lavado que es obtenido en el lavado efectivo del lodo del sulfato de calcio precipitado, mediante una solucion de sulfato de amonio, es calentada a una temperatura comprendida entre 90º y el punto de ebullicion de la solucion, despues de lo cual, son añadidos con agitacion 150 gr. de fosfato bruto seco, y a continuacion, son añadidos por pequeñas partes, 230 gr. de acido nitrico a 50 %. La lixiviacion es continuada a la temperatura mencionada anteriormente, despues de la cual, es refrigerada la solucion a 60 - 70º C y al mismo tiempo se añade 75 cc. de una solucion que contenga 20 gr. de yeso aproximadamente, procedentes de una experiencia de lixiviacion anterior. Despues de una agitacion de 5 a 6 horas a la temperatura arriba mencionada, esta terminada la recristalizacion. El yeso recristalizado, se deposita a una velocidad aproximada de 50 centimetros a la hora y deja aproximadamente 75 % de la solucion como liquido claro. En este caso, igualmente la produccion de gas como la de la espuma, se verifica durante la ultima parte de la recristalizacion.

N O T A.  
= = = = =

Descrito suficientemente el presente invento lo que se declara como de novedad e invencion propia, son las siguientes reivindicaciones:

1. - Un procedimiento de lixiviacion de fosfato bruto con separacion de la cal del fosfato bruto en estado de sulfato de calcio, caracterizado en que este sulfato de calcio, se produce primeramente en estado de semi - hidrato que es recristalizado en yeso, siendo es -

- 3 ABR 1929

- 6. -



te yeso a continuacion, separado de la solucion fosfatica.

2. - Un procedimiento segun la 1ª, reivindicacion, caracterizado, en que el semi - hidrato se obtiene mediante el empleo de una temperatura elevada y de una concentracion apropiada del liquido de lixiviacion.

3. - Un procedimiento segun la 1ª y 2ª, reivindicacion, caracterizado en que la recristalizacion es obtenida mediante el hecho de que la solucion que contiene el semi - hidrato es diluida o porque su temperatura es rebajada o por ambos procedimientos conjuntamente.

4. - Un procedimiento segun las reivindicaciones 1 á 3, caracterizado en que los cristales cortos de yeso o los fragmentos de cristales analogos, son añadidos al liquido de lixiviacion con objeto de facilitar la recristalizacion del semi - hidrato de yeso.

5. - Un procedimiento segun las reivindicaciones 1 á 4, caracterizado en que posteriormente a que la recristalizacion del semi - hidrato de yeso se ha terminado, los pequeños cristales de yeso, son separados de los grandes y de la parte principal de la solucion y son empleados a continuacion como adiccion para la prosecucion de la operacion.

6. - " Procedimiento de lixiviacion del fosfato bruto " segun se describe y reivindica en esta memoria descriptiva.

Consta esta descripcion de seis hojas foliadas y escritas a maquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 3 de Abril de 1929. -

Leocadio López y López. -

P.P.=