

141733



24 MAR. 1936

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

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

en

E S P A Ñ A

por V E I N T E    años

a nombre de AKTIEBLAGET KEMISKA PATENTER, constituida en Suecia y establecida en Magasinsgatan, Landskrona, Suecia, por

" UN PROCEDIMIENTO PARA FABRICAR ACIDO FOSFORICO".

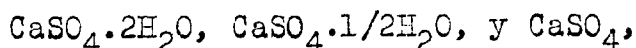
-----:

Es conocida la fabricación de ácido fosfórico a partir de materias primas que contengan calcio y ácido fosfórico, por ejemplo, fosfatos naturales, y la de ácido sulfúrico utilizando el ácido fosfórico que circula en el proceso. En este caso puede obtenerse el sulfato cálcico resultante en diversas formas de hi-

5



drato, especialmente como



según como se regule la temperatura y las concentraciones de ácido al disgregar. Si se quiere obtener ácido fosfórico de concentraciones altas, es ventajoso precipitar el sulfato cálcico como semihidrato o como anhidrita. Cuando interesa obtener ácidos más débiles, por ejemplo, cuando se quiere elaborar con ellos sales del ácido fosfórico, puede depositarse también el sulfato cálcico como dihidrato, influyendo sobre sus formas cristalinas por adecuada regulación de la temperatura de modo que se consigan velocidades de filtración aún satisfactorias técnicamente.

Todos los métodos técnicos hasta ahora conocidos y descritos relativos a la producción directa de ácido fosfórico con obtención del sulfato cálcico dihidratado y a su separación y lavado por desplazamiento adolecen, sin embargo, del inconveniente de que circulan en ellos cantidades muy considerables de ácido fosfórico o de barro final de disgregación. Así, por ejemplo, por 1 Kg. de fosfato se agregan más de 4 litros de ácido fosfórico procedente del barro procedente de disgregación a las materias primas (fosfato natural y ácido sulfúrico), al disgregar.

A causa de estas cantidades circulantes considerables de ácido fosfórico, tampoco se ha podido hasta ahora, en el procedimiento que origina depósito de sulfato cálcico dihidratado, obtener directamente de un modo técnicamente aprovechable ácido fosfórico con una concentración de más de 20 - 22 % de  $\text{P}_2\text{O}_5$ . Si por este procedimiento se pretendía obtener concentraciones más altas



40

45

50

55

60

65

hubiera sido necesario más bien desarrollar una serie de disgregaciones escalonadas o acoplar toda una serie de aparatos filtrantes, y bracear entre ellos en vasijas mezcladoras el sulfato cálcico con soluciones cuya concentración en  $P_2O_5$  vaya disminuyendo paulatinamente. De aquí resultan grandes cantidades de soluciones lavadoras, de las cuales hay que dejar finalmente circular la mas fuerte en el proceso de disgregación. Hasta ahora subsistía generalmente por esto la opinión de que en este procedimiento desarrollado con depósito de sulfato cálcico dihidratado por vía directa no se podía pasar de una concentración de 20 -22% de  $P_2O_5$  en la explotación técnica.

Por las razones indicadas no era posible tampoco hasta ahora aprovechar eficazmente las ventajas de la obtención del sulfato cálcico como dihidrato, basadas en que retira de la masa de disgregación una cantidad relativamente grande de agua en forma de agua de cristalización, permitiendo así aumentar la concentración del producto.

Frente a estas ideas imperantes hasta ahora, los amplios ensayos realizados han conducido a la sorprendente conclusión de que no hace falta para nada dejar circular las grandes cantidades de ácido fosfórico utilizadas antes y tenidas por necesarias en el procedimiento de disgregación, al producir ácido fosfórico con precipitación de sulfato cálcico dihidratado, y que conforme a las explicaciones que siguen es posible, por el contrario, obtener también por el procedimiento de disgregación que origina sulfato cálcico dihidratado un ácido fosfórico de concentración entre 22 y más de 30% de  $P_2O_5$  en forma técnicamente satisfactoria. La velo-

70

cidad óptima de filtración del sulfato cálcico dihidratado que se consigue en tales disgregaciones se consigue ya con cantidades notablemente pequeñas de ácido fosfórico circulante, con lo que se logra la extraordinaria ventaja de poder efectuar en consecuencia la separación y el lavado del sulfato cálcico dihidratado resultante en un solo aparato de filtrar. El lavado se ha-

75



ce en forma especialmente ventajosa sobre un filtro circulante de cinta, y mejor en uno donde la cinta elástica portadora se haga pasar tan ajustada sobre los bordes lisos y planos de una o varias cajas de aspiración si-

80

tuadas debajo del trayecto superior de la cinta portadora, que sus aberturas queden cubiertas en cada momento solo por una fracción de la anchura de dicha cinta. De este modo es posible conseguir a la vez un trabajo continuo.

85

El diafragma adjunto reproduce los hechos citados con una lejía madre (ácido fosfórico producido) de 31-32%  $O_2O_5$ . En la abscisa están señalados los volúmenes del ácido fosfórico circulante. Para la capacidad del filtro y en consecuencia para las propiedades técnicas del presente procedimiento son de capital importancia estas cifras de volúmenes. La concentración del ácido circulante se determina por el ácido fosfórico que haya de producirse.

90

95

Las velocidades de filtración del sulfato cálcico dihidratado se fijan para cantidades iguales de peso, con igual superficie de filtro y la misma depresión, después de terminada la formación de la torta, esto es, después de separar por filtración el ácido fosfórico y al final del lavado. Como líquido de prue-

100

ba se utilizó agua. De este modo se obtienen valores comparables para la velocidad de filtración. Estas velocidades así obtenidas son muy semejantes a las velocidades medias para toda la filtración y el lavado (véase la curva de puntos).

105



El diagrama adjunto muestra que, por ejemplo, al producir un ácido fosfórico de 31-32% en peso de  $P_2O_5$  se obtiene ya la velocidad máxima de filtración dejando circular por kilogramo del fosfato en tratamiento 1,5 a 2 litros de ácido fosfórico en el proceso. Se ve que

110

la calidad de los cristales de dihidrato y sus propiedades de filtración mejoran rápidamente de este modo, aumentando la cantidad del ácido fosfórico circulante de 0,6 litros, por ejemplo, a un litro por Kg. de fosfato.

115

Si se recurre a una relación aún más elevada, mejora todavía más la velocidad de filtración, hasta alcanzar su valor máximo entre 1,5 y 2 litros de ácido circulante por Kg. de fosfato. Aumentando la relación, las propiedades de filtración disminuyen luego lentamente otra vez.

120

Parecido es lo que sucede cuando se quieren preparar ácidos de concentraciones bajas, produciendo también sulfato cálcico dihidratado.

125

Para la filtración técnica de un barro de ácido fosfórico, las propiedades filtrantes del sulfato de calcio obtenido son naturalmente de especial importancia, pero para el efecto del procedimiento de filtración no es decisiva por sí sola la velocidad, sino la relación entre las cantidades de líquido que han de filtrarse por unidad del producto y la velocidad de filtración. La cantidad que ha de filtrarse por unidad del producto,

130

o sea en este caso del ácido fosfórico - expresada en

135

fosfato elaborado, depende de la cantidad del ácido circulante y de las soluciones lavadoras o del agua necesarias para lavar el sulfato de calcio. Estos baños cambian poco con la concentración del ácido circulante. El influjo adecuado sobre la cantidad de los líquidos que han de filtrarse lo da, por consiguiente, la cantidad del ácido fosfórico circulante (diagrama III).

140



De la relación entre estas cantidades y la velocidad de filtración resulta un cociente que sirve de escala para el tamaño de la superficie de filtro necesaria para la unidad del fosfato que ha de elaborarse (por ejemplo, una tonelada). Estos valores están calculados para el caso de fosfato granular (pebble) y se indican en la curva II del diagrama adjunto, en dependencia de las cantidades del ácido circulante. Esta curva tiene la misma abscisa que la curva I, pero otra ordenada distinta (a la derecha, esto es, el número de  $m^2$  necesarios para producir por hora la cantidad de ácido fosfórico que corresponde a la unidad del fosfato natural (una tonelada). De esta curva se deduce que se necesita la superficie de filtro mínima cuando la relación entre el ácido fosfórico circulante y el fosfato en preparación viene a ser 1,2 litros : 1 Kg.

145

150

155

De las dos curvas I y II resulta, pues, que en la zona comprendida entre 0 y unos 2 litros de ácido circulante por kilogramo de fosfato se obtienen ya no solo las mejores propiedades filtrantes del sulfato cálcico que se precipita, sino que también dentro de esta zona se logra el efecto máximo del proceso de filtración.

160

Por eso constituye una ventaja desconocida hasta ahora la de mantener la cantidad del ácido limoso dentro de

165 estos límites, pues todos los valores más altos han de conducir no solo a velocidades de filtración menos convenientes, sino también a efectos menores de la instalación filtrante.



170 Se ha comprobado además que una relación mas baja entre el ácido filtrante y el fosfato en tratamiento, como la que corresponde aprcximadamente a las capacidades óptimas de filtración antes indicadas, influye de modo extraordinariamente favorable sobre la sensibilidad del barro. En cambio, si se aumenta mucho la cantidad de ácido circulante, se produce una fuerte sedimentación de los cristales de dihidrato en el fondo de la vasija de disgregación, y hace falta un considerable aumento de rendimiento para revolver. En las zonas elegidas conforme al invento se obtiene, por el contrario, un lodo homogéneo y fácil de revolver, bastando un consumo mínimo de fuerza para agitarlo.

180 Conforme a las explicaciones que anteceden, el procedimiento conforme al invento consiste en efectuar la fabricación de ácido fosfórico con un contenido aproximado de 23 a mas de 30% de  $P_2O_5$  a partir de materia prima que contenga calcio y ácido fosfórico, por ejemplo, fosfato natural y ácido sulfúrico, utilizando el ácido fosfórico que circula en el proceso, con formación de sulfato cálcico dihidratado y separación y lavado del mismo por desplazamiento, de modo que la cantidad de ácido fosfórico circulante en el proceso de disgregación no sea mayor de unos 2 litros, con preferencia de 1,0 a 1,2 litros por kilogramo de fosfato natural, efectuándose la separación y lavado del sulfato cálcico dihidratado que se forma en un solo aparato de filtro, y mejor en un filtro de cinta circulante.

185

190

195

En el presente invento es importante que el sulfato de calcio se precipite como dihidrato puro, entre otras razones porque éste presenta mejores propiedades filtrantes que una mezcla de dihidrato y semihidrato, por ejemplo. Se ha visto que se obtiene un dihidrato especialmente puro efectuando la disgregación primero con

200



cierta escasez de ácido sulfúrico, por ejemplo, mezclando en primer término todo el ácido circulante solo con un 75% del ácido sulfúrico de disgregación, y añadiendo en una segunda fase, por ejemplo, en otra vasija siguiente de disgregación el restante 25% de ácido sulfúrico.

205

La temperatura debe mantenerse, naturalmente, por debajo del límite a que puede producirse el sulfato de calcio semihidratado a la concentración correspondiente del ácido fosfórico, pero puede llegarse tanto más cerca de este límite cuanto menor sea el exceso presente en cada momento de ácido sulfúrico aún no utilizado.

210

De este modo es posible, por vez primera, producir conforme al presente procedimiento ácido fosfórico de más de 30% de  $P_2O_5$ , por ejemplo, 32% de  $P_2O_5$ , obteniendo a la vez sulfato cálcico en forma de dihidrato puro.

215

Este procedimiento proporciona también la posibilidad de separar en una sola operación continua, y aprovechando hasta el límite el principio de desplazamiento, el dihidrato del ácido fosfórico, y de lavarlo, empleando cantidades mínimas de soluciones lavadoras y recuperando así el ácido circulante a la mayor concentración posible. En términos generales se tiene así la posibilidad de efectuar la disgregación en condiciones óptimas en cuanto a la capacidad filtrante y de ob-

220

225

tener concentraciones de ácido fosfórico tenidas hasta ahora por inaccesibles al precipitarse el sulfato cálcico como hidrato y empleando exclusivamente procedimientos de filtración, y que no se han podido alcanzar.

EJEMPLO DE REALIZACION:

230



1000 kilogramos de fosfato granular (pebble) molido se mezclan con 1000 litros de ácido fosfórico de 17,5% de  $P_2O_5$  y unos  $30^\circ$  de temperatura. Esta mezcla, en unión de 500 litros de ácido sulfúrico de  $60^\circ B\acute{e}$ , se llevan a una vasija de agitación. Una vez vertida to-

235

da la masa, se agregan otros 150 litros de ácido sulfúrico. La temperatura sube, en virtud del calor de reacción, a  $70 - 80^\circ$ , y se mantiene en esta zona hasta terminar la disgregación, que requiere unas cuatro horas.

240

El lodo de disgregación se filtra luego en un filtro de cinta, con preferencia en un filtro en que la cinta elástica portadora pase ajustada por encima de los bordes lisos y planos de una o varias cajas de aspiración dispuestas por debajo del trozo superior de la cinta, de modo que cubra sus aberturas en cada momento

245

solo una fracción de la anchura de la cinta. Para lavar la torta de filtro se emplean 1000 litros de ácido lavador de un 4% de contenido de  $P_2O_5$ , y luego 1200 litros de agua. El filtrado obtenido consta de:

250

- 850 litros de producto con 30,2% de  $P_2O_5$ , peso esp. de 1,36.
- 1000 - de ácido fosfórico circulante de 17,5% de  $P_2O_5$ .
- 1000 - de ácido lavador con un 4% de  $P_2O_5$ .

255

La velocidad media de filtración fué de 3450 litros ( $m^2$ ) por hora, y al lavar con agua de 3650 litros ( $m^2$ ) por hora.

El rendimiento total fué de 95,2%.

El método de trabajo descrito puede efectuarse

260 también de modo continuo, como muestra el adjunto dibujo  
esquemático. En este caso se disponen una tras otra,  
por ejemplo, tres vasijas de agitación, y se agrega en  
la primera vasija continuamente la mezcla de fosfato na-  
tural con el ácido fosfórico circulante en la relación  
de masas antes indicada. A la vez se añaden, por ejem-  
265 plo, 500 litros de ácido sulfúrico de 60°Bé. por 1000  
Kgs. de fosfato. La mezcla pasa de una vasija a la in-  
mediata porrebosadero. En el segundo recipiente se agre-  
ga el resto del ácido sulfúrico (150 litros por 1000 Kgs.  
de fosfato). En la tercera vasija termina la disgrega-  
270 ción. A partir de aquí se impele la masa hasta el fil-  
tro de cinta.



275 El empleo de cantidades muy pequeñas de ácido  
fosfórico circulante que el presente invento permite,  
lleva consigo también la importante ventaja de poder  
reducir considerablemente el número y la cantidad de  
las lejías lavadoras y el agua necesarias para lavar el  
280 sulfato cálcico sobre el filtro. Así, por ejemplo, es  
posible lavar con solo un ácido lavador y luego con  
agua.

Esta solicitud, que corresponde a la presenta-  
da en Alemania, el 9 de abril de 1935, bajo el núme-  
285 ro A. 75.777 IVb/12i., se acoge a los beneficios del  
artículo 51 del vigente Estatuto de Propiedad Industrial.

-o- N O T A -o-

Los puntos de invención propia y nueva que se

290



presentan para que sean objeto de esta Patente de VEINTE años, son los siguientes:

295

1º - Un procedimiento de fabricación de ácido fosfórico con un contenido de 23 a más de 30% de  $P_2O_5$ , a partir de materia prima que contenga calcio y ácido fosfórico, por ejemplo, fosfato natural y ácido sulfúrico empleando el ácido fosfórico circulante en el proceso, con formación de sulfato cálcico dihidratado y separación y lavado del sulfato por desplazamiento continuo, caracterizado por ser la cantidad del ácido fosfórico circulante en el proceso de dispersión mayor a unos 2 litros, con preferencia 1,0 - 1,2 litros por Kg. de fosfato, y por efectuarse la separación y el lavado del sulfato cálcico dihidratado que se forma en un solo aparato de filtro, con preferencia en un filtro circulante de cinta.

300

305

2º - Un procedimiento conforme se reivindica en el punto 1º., caracterizado por efectuarse la disgregación del fosfato natural primero con cantidades insuficientes de ácido sulfúrico, añadiendo el resto de éste después de mezclar todo el fosfato, eventualmente en una vasija especial de disgregación.

310

3º - Un procedimiento para fabricar ácido fosfórico.

315

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en el dibujo que se acompaña y con los fines que se han especificado.

-----

Esta Memoria consta de

doce hojas escritas por una sola cara.

Madrid, 24 de Marzo de 1936.

P. A.

Alberto de Elzaburu

Por Poder





- HOJA EXPLICATIVA DE LAS INSCRIPCIONES -

-EN LOS PLANOS-

- - - - - 0 - - - - -

- I. - Velocidad de filtración en litros/m<sup>2</sup>/horas.
- II. - m<sup>2</sup> de superficie de filtro por ton. de fosfato.
- III. - Litros de ácido circulante/ton. fosfato.
- IV. - Cantidades totales del filtrado en litros por 1000 Kgs. de fosfato.
- V. - Litros de ácido circulante por 1000 Kgs. de fosfato.
- VI. - Fosfato.
- VII. - Acido sulfurico.
- VIII. - Masa de disgregación.
- IX. - Agua.
- X. - Acido lavador.
- XI. - Producto.
- XII. - Acido fosfórico circulante.

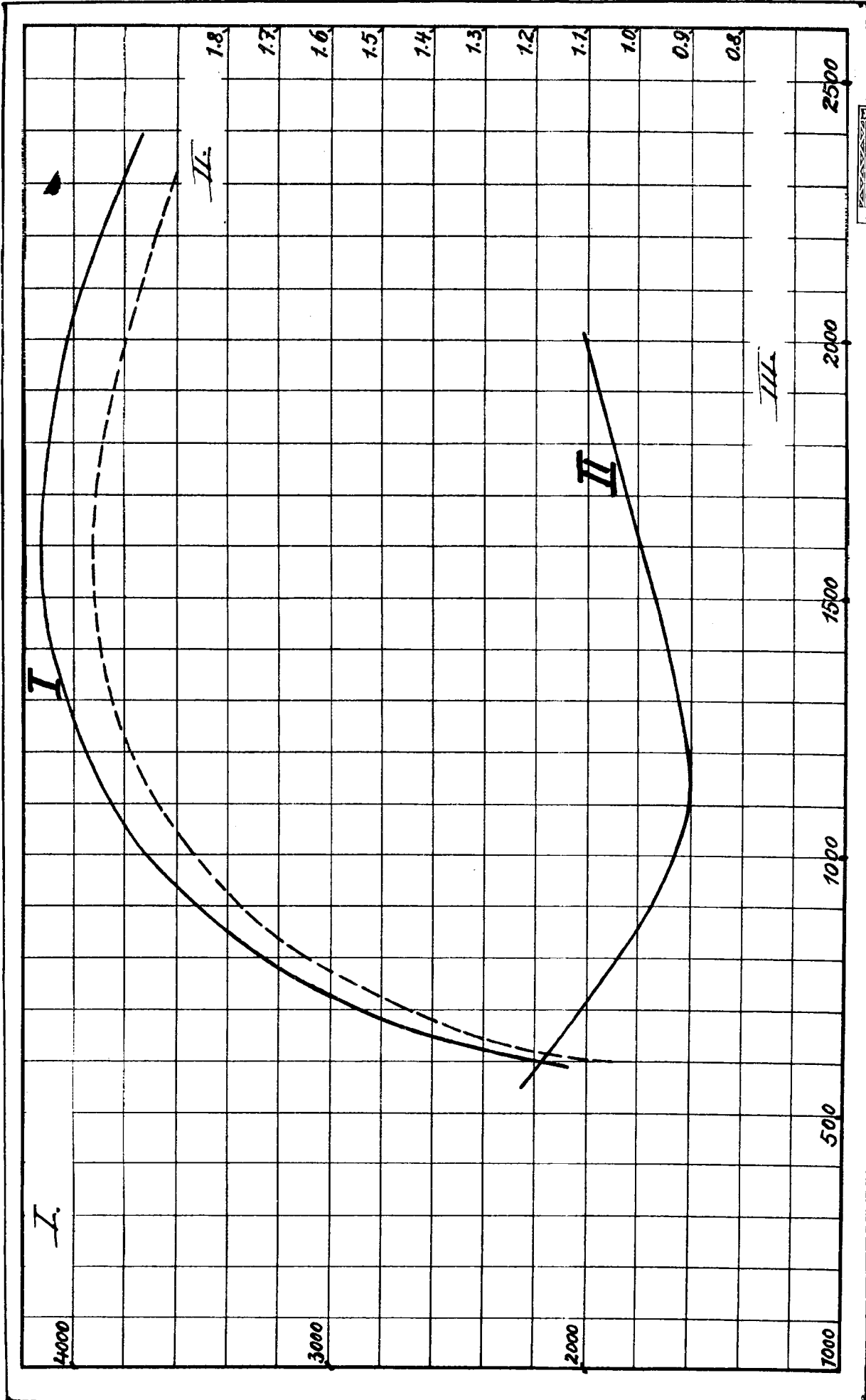
- - - - - 0 - - - - -

141733

ESCALA VARIABLE.

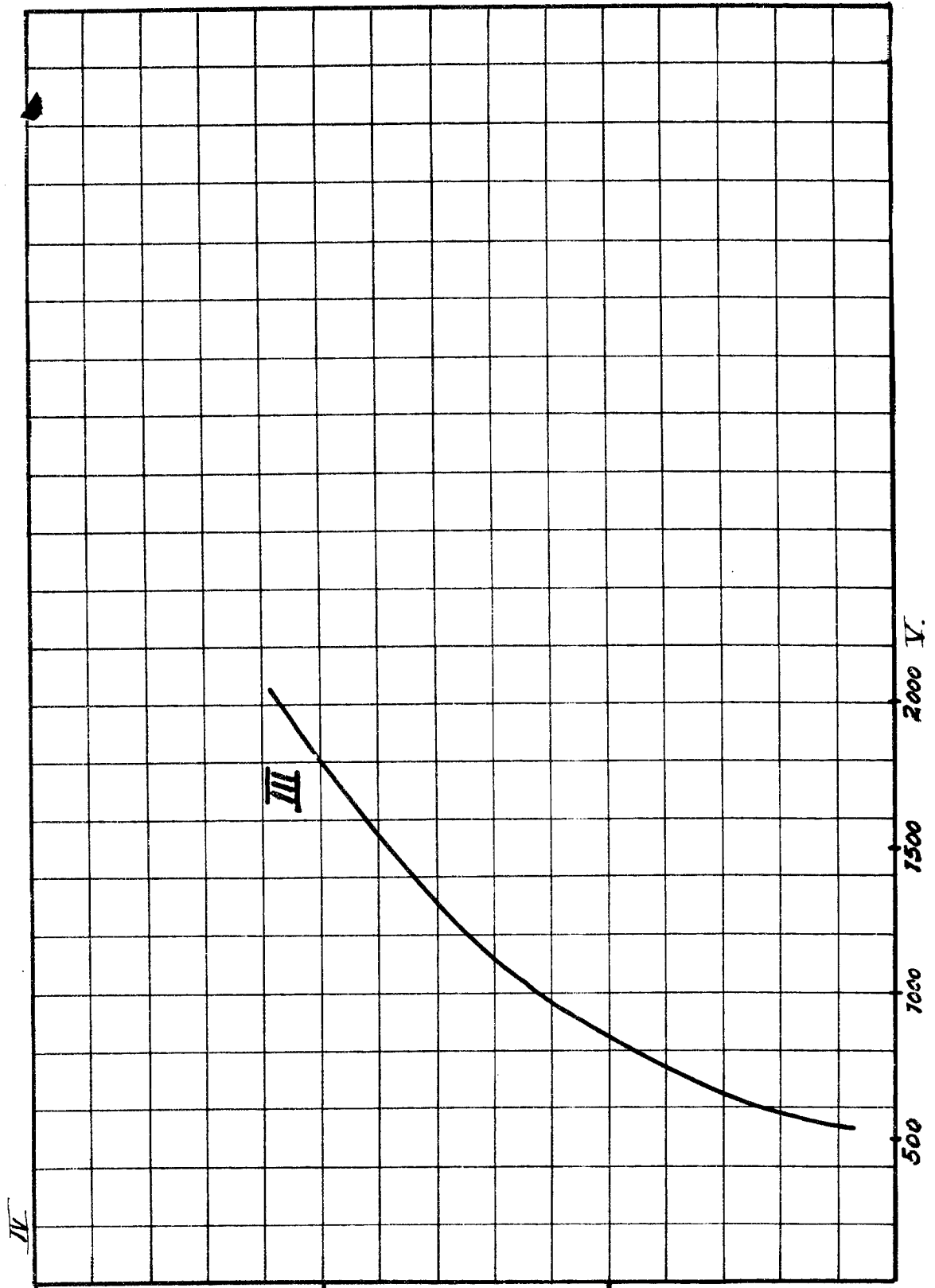
AKTIEBOLAGET KEMISKA PATENT ER.

I/III.



Handwritten signature or initials.

111732



IV

5000

4000

3000

2000

2000 V.

1500

1000

500



P. A.  
ALVARO DE FIGUEROA

*[Handwritten signature]*

P. A.

ANFÖRSLING

