

PATENTE DE INVENCION

I.C.I. Case 7.944



171058

1710

MEMORIA DESCRIPTIVA

SOBRE

"PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE SUPERFOSFATOS"

SOLICITANTES: IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED,
domiciliados en: Millbank, Londres,
Inglaterra.

Este invento se refiere a la obtención de abonos fosfatados, que tengan por base el fosfato cálcico.

- De acuerdo con este invento, un abono fosfatado, en el que P_2O_5 es lentamente asimilable y que cuando se aplica primeramente al suelo tiene una solubilidad relativamente baja en el agua y en el ácido cítrico, se obtiene calentando a temperaturas comprendidas entre $250^{\circ}C.$ y $600^{\circ}C.$ y con preferencia entre $300^{\circ}C.$ y $600^{\circ}C.$ una mezcla de un material fosfatado y una proporción de ácido sulfúrico que asciende a más de 1.8 mols por mol de P_2O_5 en aquélla contenida, junto con una cantidad adicional suficiente para reaccionar con las impurezas presentes, su-
- 5.
 - 10.



171058

- poniendo para los fines del cálculo que el P_2O_5 se encuentra en forma de $Ca_3(PO_4)_2$. Debe tenerse presente que todos
15. los compuestos de calcio que existan, distintos del fosfato, han de incluirse dentro de la denominación de impurezas, tal como aquí se emplea. Con preferencia, la proporción de ácido sulfúrico es superior a 1.8 mols por mol y no más de 2.3 mols por mol, junto con la cantidad adicional,
20. requerida para reaccionar con las impurezas presentes. Cuando el material fosfatado primitivo contiene fluor, el procedimiento de este invento tiene la ulterior ventaja de que se reduce el contenido de este cuerpo. Ejemplos de materias primas adecuadas son los minerales fosfatados y los
25. huesos.

La proporción de ácido sulfúrico mencionada corresponde a la empleada en la fabricación de superfosfatos y está calculada para obtener monofosfato cálcico $Ca(H_2PO_4)_2$.

- El material fosfatado bruto molido, por ejemplo
30. fosfato mineral, puede hacerse reaccionar con el ácido sulfúrico de varios modos, empleando calor si es necesario. Se ha comprobado que un método muy adecuado consiste en mezclar el fosfato mineral, cribado por ejemplo de modo que el 90% atraviese el tamiz normal inglés de 100 mallas, con
35. la cantidad requerida de ácido sulfúrico, empleando cualquier tipo apropiado de mezclador, por ejemplo un mezclador de paletas, para agitar, por lo menos durante diez minutos, y luego pasar el material resultante a través de un calcinador rotativo mantenido a unos 400° C. empleando un
40. tiempo de tránsito de alrededor de una hora. El material calcinado, se enfría y se muele luego. Con preferencia, la calefacción se lleva a cabo en una corriente suave de aire o de gases inútiles, pero puede emplearse también una corriente de vapor. Es asimismo apropiada, para usarla en el
45. procedimiento, una solución acuosa de ácido que contenga



más del 60% de H_2SO_4 . Es importante que el mineral fosfado molido y el ácido se mezclen íntimamente para distribuir éste con la mayor uniformidad posible en toda la masa. Por medio del procedimiento a que este invento se

50. refiere y mezclando completamente de este modo, puede obtenerse un producto con una relación de fluor/ P_2O_5 de 0.03 o menor.

El procedimiento de este invento puede aplicarse también empleando métodos y aparatos bien conocidos en

55. la fabricación de superfosfatos. Por ejemplo, el tratamiento calorífico puede aplicarse al material en cualquier fase del procedimiento normal de obtención de superfosfatos, posterior a la reacción con ácido sulfúrico y antes de secar o incluso "madurar". Así, puede aplicarse a material

60. que se haya dejado posar en "cuevas" y que luego se haya madurado en montones, o material que haya resistido después del tratamiento con ácido por tiempos mucho más cortos del normal, o material fabricado en "cuevas" continuas, antes de secar, o material producido haciendo reaccionar fosfatos mineral molido con ácido sulfúrico, en

65. mezcladores o volteadores.

El producto puede prepararse en forma pulverulenta, o puede granularse después de la calcinación, mezclándolo, por ejemplo, con nitrato de sodio o de amonio, y

70. agua suficiente, y puede emplearse bien como abono simple o como uno de los componentes de abonos compuestos. Dos de las más importantes propiedades del producto, son la baja solubilidad inicial de su P_2O_5 y el aumento de la misma con el tiempo.

75. Estas propiedades se determinan por los ensayos citados luego y su control se ejerce variando adecuadamente la temperatura y el tiempo del tratamiento calorífico.



171058

- Aunque los nuevos abonos a que este invento se refiere se caracterizan -en contraste con el superfosfato- por
80. la baja proporción de asimilabilidad de su P_2O_5 , sin embargo esta proporción puede variar entre amplios límites, sin separarse del alcance de este invento. Para los fines de este invento, la proporción relativa de asimilabilidad del P_2O_5 en una muestra dada de abono fosfatado puede medirse
85. determinando su solubilidad en ácido cítrico al 2% de acuerdo con el procedimiento establecido por las Normas para abono y Enmiendas S.R.O. 658/1932 y también su solubilidad en ácido de la misma concentración, cuando el tiempo de exposición se aumenta por ejemplo hasta dos meses. En estos ensayos más largos, cuando la duración es inferior a 24 horas,
90. la mezcla se agita continuamente durante todo el período, pero cuando la duración es superior a 24 horas la mezcla, en todos los casos, se agita mecánicamente con el ácido durante media hora y luego se agita vigorosamente una vez al día,
95. durante medio minuto, hasta el final del ensayo.

Los abonos obtenidos calentando a la temperatura indicada y durante los intervalos de tiempo citados, tienen en general una proporción de solubilidad en ácido cítrico más lenta que los superfosfates, pero más rápida que los de

100. la solicitud pendiente de aprobación. Tienen también una baja solubilidad inicial en ácido cítrico.

Como ya se ha dicho, al valorar la asimilabilidad del contenido de P_2O_5 de un abono dado es importante la relación entre el P_2O_5 (determinado por el ensayo con ácido

105. cítrico) y el P_2O_5 total. La disminución del fluor se determina mejor por comparación de los valores inicial y final de la relación F/P_2O_5 .

Este invento se aclara, pero no se limita, por los ejemplos siguientes:



1058

E J E M P L O I

110. 100 partes de fosfato mineral molido de tal modo que el 90% atravesara el tamiz normal inglés de 100 mallas, se mezclaron perfectamente con 80 partes en peso de ácido sulfúrico al 77% y todo ello se dejó reposar una noche. El material resultante se calentó durante una hora
115. en un horno eléctrico mantenido a 400° C., se enfrió y se molió. El producto final tenía las características siguientes:

P ₂ O ₅ total	19.0%
P ₂ O ₅ soluble en ácido cítrico	3.2%
P ₂ O ₅ soluble en agua	1.29%
Fluor	0.39%
120. Relación F/P ₂ O ₅	0.007

E J E M P L O II

- El procedimiento inicial seguía exactamente el método empleado en la fabricación de superfosfatos. El fosfato cálcico mineral, molido de modo que el 80% en peso atravesara el tamiz normal inglés de 100 mallas, se mezcló
125. perfectamente con el 85% de su peso de ácido sulfúrico al 70% y se dejó reposar en una "cueva" y luego se dejó madurar en un montón durante tres semanas. Después se calentó a 400°C. durante una hora, pasándolo a través de un calcinador rotativo inclinado, mantenido a esta temperatura, que
130. estaba revestido con un refractario adecuado.

- Los nuevos abonos a que este invento se refiere poseen, sobre el superfosfato normal las ventajas de ser de acción más lenta. Los obtenidos de fosfato mineral se desfluorizan en mayor grado que el superfosfato correspondiente y tienen en general un contenido de fluor de un 0.6%
135. o menor. Además, su relación fluor/P₂O₅ es considerablemente

- 271058



te inferior. Sobre la escoria básica, tier staja de que en suelos ácidos, su P_2O_5 se transforma en mucho menos lentamente asimilable como alimento para las plantas que el
140. de la escoria básica.

Debe tenerse presente que este invento incluye también el tratamiento térmico de mezclas de material fosfatado -que se hayan calentado previamente con ácido- con una cantidad ulterior de ácido tal que eleve las pro-
145. porciones en la mezcla a las descritas en esta Memoria. Además la molienda puede realizarse después de la mezcla y antes de calentar.

- N O T A -

Habiendo ya descrito ampliamente la naturaleza del invento, así como la manera de llevarlo a cabo en la
150. práctica, se hace constar que los procedimientos anterior- mente descritos son susceptibles de ligeras modificacio- nes de detalle, sin que por ello se altere el principio fundamental del invento. También se hace constar que di- cho invento se refiere a una Patente presentada en Ingla-
155. terra con fecha 3 de Septiembre de 1945, bajo el número 22.636, desglosada de la Patente presentada en Inglaterra con fecha 8 de Septiembre de 1944, bajo el número 17.212, acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que cong-
160. tituye la esencia de este invento y por lo que se solicita Patente de Invención por VEINTE años, en España: "Procedi- miento para la obtención de superfosfatos"; caracterizán- dese por lo siguiente:

1 - Procedimiento para la obtención de superfos-
165. fatos en los que el P_2O_5 es lentamente asimilable y que, cuando primero se aplican al suelo tienen una solubilidad



- relativamente baja en el agua y en el ácido cítrico, procedimiento que comprende el calentar a temperaturas comprendidas entre 250° C. y 600° C. una mezcla de un material fosfatado y una proporción de ácido sulfúrico que asciende a 1.8 mols por mol de P_2O_5 en ella contenido, junto con una cantidad adicional suficiente para reaccionar con las impurezas que existan, suponiendo para los fines del cálculo que el P_2O_5 se encuentra al estado de $Ca_3(PO_4)_2$.
- 170.
175. 2 - Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1, en el que el material fosfatado es fosfato mineral natural.
- 3 - Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1 o 2, en el que la proporción de ácido sulfúrico asciende a más de 1,8 mols por mol y no a más de 2.3 mols por mol, junto con la cantidad adicional necesaria para reaccionar con las impurezas presentes.
- 180.
- 4 - Procedimiento, según lo especificado en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que el material fosfatado se calienta a una temperatura comprendida entre 300° C y 600° C.
- 185.
- 5 - Procedimiento, según lo especificado en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que la calefacción se lleva a cabo durante un tiempo del orden de media a una hora.
- 190.
- 6 - Procedimiento, según lo especificado en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que el material fosfatado se muele finamente.
- 7 - Procedimiento, según lo especificado en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que el material fosfatado y el ácido se mezclan íntimamente entre sí.
- 195.
- 8 - Procedimiento, según lo especificado en



la reivindicación 6, en el que el material fosfatado es
200. fosfato mineral natural y éste, finamente molido, y el ácido se mezclan íntimamente entre sí por cuyo medio se obtiene un producto con una relación fluor/ P_2O_5 de 0.03 o menor.

9 - Procedimiento, según lo especificado en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el que la calefacción se lleva a cabo en una corriente de aire o de gases
205. inútiles.

10 - Procedimiento, según lo especificado en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el que la calefacción se realiza en una corriente de vapor.

210. 11 - Procedimiento para la obtención de un abono fosfatado en el que el P_2O_5 es lentamente asimilable y que cuando primero se aplica al suelo tiene una solubilidad relativamente baja en el agua y en el ácido cítrico, prácticamente tal como se ha descrito en los ejemplos anteriores.

215. 12 - Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1, en el que la mezcla se prepara tratando material fosfatado con ácido sulfúrico y añadiendo luego a dicha mezcla ulterior cantidad de ácido tal que lleve las proporciones de la mezcla dentro de las indicadas.

220. 13 - Procedimiento para la obtención de superfosfatos, con arreglo al cual se emplea abono fosfatado en el que el P_2O_5 es lentamente asimilable y que, cuando primero se aplica al suelo tiene una solubilidad relativamente baja en el agua y en el ácido cítrico, siempre que se prepare por el procedimiento especificado en cualquiera de las
225. reivindicaciones 1 a 12.

14 - Procedimiento para la obtención de superfosfatos, con arreglo al cual se emplea un abono compuesto que contenga un abono fosfatado obtenido por el procedimiento
230. especificado en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12.



15 - Procedimiento para la obtención de superfosfatos, conforme al que se utiliza un abono compuesto, granulado, que comprenda un abono fosfatado obtenido por el procedimiento especificado en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12 y un abono seleccionado de nitratos amónico y sódico.

235.

16 - Procedimiento para la obtención de superfosfatos; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria, que consta de nueve hojas escritas a máquina por una sola cara.

240.

Madrid, 22 de Septiembre de 1945

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED .

Por Poder de J. GÓMEZ ACEL