

H/V.



176478

176478

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de una patente de invención por veinte años en España, por: "Un nuevo procedimiento para la elaboración de la apatita o cualquier otra roca o sustancia que contenga fosfatos tricálcicos", a favor de los Sres. D. Félix Jourdan Clet, y D. Jorge Beeche Caldera, residentes en Santiago de Chile, Calle Miguel Claro, 1.359.-

=====

La presente patente de invención se refiere a un nuevo procedimiento para la elaboración de la apatita, o cualquier otra roca, o sustancia que contenga fosfatos tricálcicos.

Las fosforitas y apatitas son hoy convertidos en abonos fosfatos solubles por medio del método de super-fosfato que consiste en 5 atacarlas con el ácido sulfúrico concentrado.

Hay otros métodos que consisten en fusiones con nitrato de sodio y sulfato de sodio.

Todos estos métodos no logran concentrar el contenido de ácido 10 fosfórico soluble a una cifra mayor que el contenido de ácido fosfó-

176418

2.-



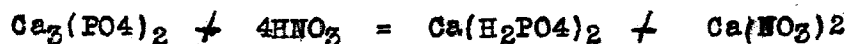
rico total en la materia prima. Así por ejemplo, tratando una apatita chilena de 28 % P_2O_5 total, el producto que se obtiene podrá tener 20 % de ácido fosfórico total. Más bien se diluye el producto obtenido con el agregado de los reactivos y no se recupera ningún subproducto de valor que pueda abaratar el costo de producción. Además las apatitas y especialmente la chilena posee un alto porcentaje de alúmina, Al_2O_3 , y óxido de hierro, impurezas altamente dañinas que con el tiempo provocan una retrogradación del fosfato soluble al fosfato insoluble de estos elementos. La apatita chilena posee término medio 5 % de Al_2O_3 y 9 % de óxido de hierro.

Nosotros, tomando en cuenta estos inconvenientes y apreciando la gran importancia que significa para el país poder elaborar las apatitas chilenas y otras sustancias que contengan fosfato tricálcico insoluble, hemos investigado el problema detenidamente en nuestro laboratorio hasta encontrar un nuevo procedimiento y nuevo método de elaboración, extracción y separación de sustancias naturales tales como el fosfato bicálcico y el sulfato de calcio, en un estado de pureza tal, que el fosfato está casi exento de óxido de hierro y alúmina, (entre los dos es menos de 1 %) y el sulfato de calcio es de la más alta pureza no conteniendo ni hierro, ni alúmina, ni ácido fosfórico.

Descripción del Procedimiento

La apatita, o roca fosfórica o hueso, es finamente triturada hasta 200 mallas. Suponiendo que tratamos una apatita de 28 % P_2O_5 total. Una vez triturada es atacada con ácido nítrico al 25 % o aún más concentrado, hasta que todo el contenido de carbonato libre y fosfato tricálcico es disuelto, procurando que la masa quede con la menor cantidad de ácido nítrico libre.

La reacción principal que tiene lugar aquí es la siguiente:



176478

3.-



El fosfato tricálcico se convierte en fosfato monocálcico soluble en el agua y en nitrato de calcio también soluble en el agua.

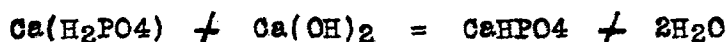
El hierro y alúmina y carbonato de calcio libre se convierten en nitratos de hierro, alúmina y calcio respectivamente.

5 Esta reacción se hace en frío evitando que la temperatura suba sobre 50° C. Una vez terminada la reacción se filtra la masa quedando el residuo estéril como desperdicio que consiste principalmente de sílice y silicatos insolubles en ácido nítrico.

10 El filtrado contendrá el ácido fosfórico de la apatita en forma de fosfato monocálcico y los nitratos antes mencionados.

Ahora bien, la solución con fosfato monocálcico y nitratos es tratada en un estanque de hierro provisto de un agitador mecánico por medio de la lechada de cal que es $\text{Ca}(\text{OH})_2$. A la lechada de cal se le agrega la solución agitando violentamente hasta que la solución es neutra o muy poco ácida. Este punto (este punto) es muy fácil determinar agregando una pequeña cantidad de fenolftaleína a la solución. El punto crítico será cuando la solución se ponga levemente rosada.

La reacción que tiene lugar aquí es la siguiente:



20 Esta reacción también debe hacerse en frío no excediéndose de 50° C. La lechada de cal transforma el fosfato monocálcico soluble en el agua en el fosfato bicálcico CaHPO_4 insoluble en el agua. Los demás nitratos en solución no son afectados. Se forma entonces un precipitado de fosfato bicálcico que es muy fácil filtrar.

25 Se filtra este precipitado ya sea en un filtro continuo o en una centrífuga lavándose el fosfato con agua pura.

Este es un producto final después que se seca a menos de 60° C en hornos rotativos y constituye un abono cítrico. En nuestras experiencias hemos llegado a obtener un fosfato bicálcico precipitado de sobre 40% de P_2O_5 soluble en ácido cítrico al dos por ciento,

910418

4.-

1 D FNE



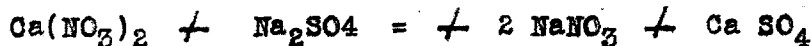
o sea un abono dos veces mas concentrado que los abonos hoy preparados en Chile con los métodos en los primeros párrafos de esta memoria indicados. El contenido de Al_2O_3 mas Fe_2O_3 de este fosfato bicálcico preparado con la apatita es de 0.8 por ciento.

5 Ahora, en el filtrado que se obtiene después de separar el fosfato bicálcico aún quedan en solución los nitratos de calcio, hierro y alúmina.

Esta solución ya exenta de ácido fosfórico colocada en un estanque de hierro con un agitador mecánico similar al empleado para precipitar el fosfato bicálcico.

Agitando constantemente se agrega a la solución de nitratos, sulfato de soda en polvo o en solución saturada a $40^{\circ} C$, que es la temperatura a que tiene su máxima solubilidad.

Al agregar este reactivo que es de gran abundancia en el norte de Chile y de bajo costo, tiene lugar la siguiente reacción con el nitrato de calcio en solución:



Aquí tiene lugar una reacción muy interesante y muy importante. El nitrato de cal se transforma en sulfato de calcio que es insoluble en el agua y por lo tanto precipita, dando origen a un yeso precipitado de alta calidad, y se forma nitrato de sodio que queda en solución. Los nitratos de hierro y aluminio no sufren alteración y quedan en solución con el nitrato de sodio.

Con esta reacción que se consigue agregando un reactivo barato y abundante se recupera el ácido nítrico empleado en la reacción inicial del ataque de la roca con el ácido nítrico, en forma de nitrato de sodio. Si el ácido nítrico que se emplea en este procedimiento es fabricado por medio de la reacción del nitrato de sodio con ácido sulfúrico, se obtiene como subproducto de la fabricación del ácido el sulfato de sodio, el cual se aprovecharía para precipitar



el sulfato de calcio y recuperar el nitrato de sodio. De todas ma-
neras se recupera el nitrógeno agregado en el ácido inicialmente en
forma de nitrato de sodio, y se obtiene como subproducto el sulfato
de calcio el cual calcinándolo se expende al consumidor en forma de
5 yeso.

La separación del sulfato de calcio precipitado se consigue fa-
cilmente por medio de filtros continuos o centrífugas.

En el líquido quedará el nitrato de sodio con los nitratos de
hierro y aluminio. Este líquido vuelve al ciclo para diluirse con el
10 ácido nítrico y atacar una nueva partida de roca fosfórica, apatita
o hueso. Continuará en el circuito hasta que la solución final esté-
ril quede saturada a 40° en nitrato de sodio. Llegado este punto se
precipita el nitrato de sodio por refrigeración a $+ 3^{\circ}$ C, volvien-
do el agua vieja al ciclo.

15 Cuando el líquido llegue a saturación de nitratos de hierro
o aluminio o cuando estos elementos causen inconvenientes en el pro-
cedimiento, la solución se reemplazará recuperando su contenido de
nitratos por medio de la evaporación.

La temperatura de ataque de la apatita con el ácido nítrico
20 debe ser inferior a 50° C para evitar la formación de fosfatos insol-
ubles.

La temperatura de las reacciones de precipitación o de seca-
dura del fosfato bicálcico no debe exceder los 60° C porque hay el
peligro de formar meta y piro-fosfatos de calcio que son insolubles.

25 La proporción de lechada de cal debe ser exacta porque un exco-
so forma un fosfato tricálcico que es también insoluble.

La proporción de sulfato de soda que se agrega debe calcular-
se en su equivalencia con el ácido nítrico agregado para el ataque
de la apatita.

176478

6.-



N O T A.--

=====

La presente patente de invención comprende las siguientes reivindicaciones:

1.- Un nuevo procedimiento para la elaboración de la apatita
5 o cualquier otra roca o sustancia que contenga fosfatos tricálcicos, caracterizado porque la apatita o similar, molida a menos de 200 mallas, es atacada con ácido nítrico con concentración conveniente (habitualmente, si el material tratado tiene el 28 % de P_2O_5 , la concentración es al menos del 25 %) hasta que todo el contenido de carbonato libre y fosfato tricálcico es disuelto, procurando que la masa
10 quede con la menor cantidad de ácido nítrico libre y efectuando la reacción en frío, sin que la temperatura rebase los $50^{\circ}C$, separando después por filtración de la masa resultante fosfato monocálcico y nitratos de hierro, alúmina y calcio, y quedando como desperdicio
15 el residuo estéril constituido principalmente por sílices y silicatos insolubles en ácido nítrico.

2.- Un nuevo procedimiento según la reivindicación anterior, caracterizado porque, como variante de las operaciones indicadas, la apatita (o similar) finamente molida a 200 mallas, y con líquido estéril formando una pulpa de 50 % de sólidos, es atacada de modo conveniente con vapores nitrosos.

3.- Un nuevo procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la solución con fosfato monocálcico y nitratos es tratada en un estanque de hierro por lechada de cal $Ca(OH)_2$
25 agregada a la vez que se agita violentamente, por agitador mecánico o disposición conveniente, hasta que la solución es neutra o levemente alcalina, efectuándose también la reacción en frío, sin exceder de los $50^{\circ}C$, obteniéndose un precipitado de fosfato bicálcico que se separa por filtración, sea en filtro continuo o en una centrífuga.

176478

7.-



lavándose después el fosfato con agua pura y secándole a menos de 60° C en hornos rotativos o de otro modo conveniente.

4.- Un nuevo procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque a la solución de nitratos, ya exenta de ácido fosfórico, que queda después de separar el fosfato bicálcico, se le agrega (también en estanque de hierro con agitador mecánico o similar) sulfato de sosa en polvo, o en solución saturada a 40° C de temperatura, de modo que se transforma el nitrato de cal en sulfato de calcio y en nitrato de sodio; quedando el primero precipitado como yeso de alta calidad, exento de hierro y fosfatos, y el segundo en solución con los nitratos de hierro y aluminio que no han sufrido alteración. El sulfato de calcio precipitado se separa por medio de filtros continuos o centrífugas.

5.- Un nuevo procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el líquido, con los nitratos de sodio, hierro y aluminio, vuelve a emplearse para diluirlo con el ácido nítrico y atacar una nueva partida de roca fosfórica, apatita o hueso, continuando el circuito hasta que la solución final estéril quede saturada a 40° C en nitrato de sodio, en cuyo momento éste se precipita por refrigeración a $+3^{\circ}$ C volviendo el agua vieja al ciclo.

6.- Un nuevo procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque cuando el líquido llegó a saturación de nitratos de hierro o aluminio, o cuando estos elementos causen inconvenientes en la realización del procedimiento, se reemplaza la solución y se recuperan los nitratos por evaporación.

7.- Un nuevo procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque mediante el proceso reivindicado se debe llegar a un precipitado de fosfato bicálcico de un contenido de P_2O_5 (soluble en ácido cítrico al 2 %) superior al 40 % y que contenga menos del 1 % de alúmina y óxido de hierro.

976478

8.-



8.- Un nuevo procedimiento para la elaboración de la apatita o cualquier otra roca o sustancia que contenga fosfatos tricálcicos.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva.

5 Consta esta descripción de ocho hojas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 18 de Enero de 1947.

GUILLERMO ROEB

P.^o