



180298

H/V.

180298

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de una patente de invención por veinte años en España, por: " Procedimiento para la obtención de nitrofosfatos pobres en agua ", a favor de la r.s. Lonza Elektrizitätswerke & Chemische Fabriken Aktiengesellschaft, residente en Basel (Suiza) Aeschenvorstadt.-

=====

Es conocido que los nitrofosfatos solamente dan como resultado abonos útiles, es decir, dispersables y almacenables, cuando su contenido en agua no importa más de 2-3 Mol. de agua por 1 Mol. de nitrato cálcico. Para la obtención de estos productos pobres en agua a partir de ácido nítrico y de la fosforita se ha utilizado hasta ahora en la práctica un ácido nítrico concentrado, por ejemplo, de 70-75 %, cuyo contenido en agua está calculado precisamente para que, por la acción del mismo sobre los fosfatos, se llegue directamente a los nitrofosfatos pobres en agua deseados, sin tener que secar o deshidratar de ningún modo los productos posteriormente. La utilización de ácido nítrico concentrado representa sin embargo una dificultad y una carga

180298

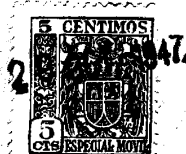
2.-



económica que pesa sobre el procedimiento, ya que su obtención no solo resulta muy costosa, sino que tampoco resultan ya asequibles.

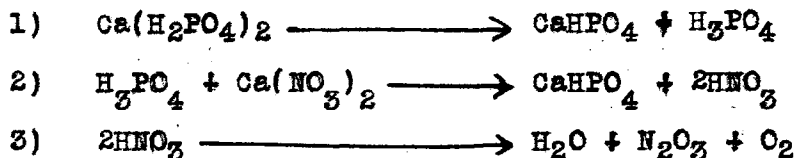
5 En diferentes ocasiones se ha propuesto ya emplear para el beneficio de las fosforitas el ácido nítrico usual de 50-60 %, fácilmente obtenible. Sin embargo, estos procedimientos en general no han conducido a ningún resultado tecnológicamente satisfactorio. Por ejemplo, se había propuesto resolver total o parcialmente los fosfatos en bruto con óxidos del nitrógeno y combinar la resolución, dado el caso, con la utilización, de un ácido 10 diluido, en lo que los fosfatos o la masa de resolución en una de las dos fases fueron tratados con ácido nítrico y en la otra con óxidos de nitrógeno. Por la utilización de óxidos de nitrógeno, que para la formación del nitrato consumen agua, puede 15 regularse el contenido de agua de los productos finales, del modo deseado.

Finalmente también se había propuesto resolver totalmente los fosfatos en bruto con un ácido nítrico de 60 % o todavía más débil y deshidratar después el producto de reacción obtenido en temperaturas inferiores a 40° C. con aire hasta llegar al 20 contenido deseado. Este último procedimiento, que a causa de su sencillez pudiera parecer el mas adecuado, sin embargo posee, desde el punto de vista tecnológico y económico, importantes inconvenientes. La temperatura de desecación inferior a 40° C, es 25 decir debajo de la temperatura de reblandecimiento, en la que por tanto el material está ampliamente solidificado y desmenuzado, respectivamente granulado, a causa de la baja temperatura de reblandecimiento de los productos, es relativamente baja. En estas temperaturas bajas la latitud para la recepción de humedad del 30 aire es muy pequeña a causa de la baja presión parcial del va-



por de agua, y la desecación exige a causa de ello prolongado tiempo de tratamiento y espacios de desecación demasiado grandes. Por ello se había propuesto trabajar con aire seco, pero la desecación del aire es muy costosa y por tanto es antieconómica.

Una desecación de la masa a temperatura más elevada parecía hasta ahora tecnológicamente inejecutable, respectivamente se consideraba como imposible, porque los productos de resolución de nitrofosfatos se sueldan en el calor en masas tenaces y porque además en tales temperaturas más elevadas han de temerse una reversión del ácido fosfórico soluble en agua y el desarrollo de ácidos de nitrógeno, por ejemplo según las ecuaciones de reacción:



Además tropieza la desecación de la masa pastosa y líquida, según se sabe, con grandes dificultades a causa del mal intercambio térmico.

Las investigaciones demuestran ahora que esta desecación puede ser realizada con muy buen efecto de desecación, si la misma se efectúa en la fase vesiculosa-pastosa y encima de la temperatura de reblandecimiento de los nitrofosfatos, es decir a temperaturas sobre 40° C. Para la realización de la desecación, el producto de resolución vesiculoso caliente y no desgasificado, que por ejemplo muestra un peso de volumen de solamente 0,6-0,8, por ejemplo se vierte en recipientes provistos de fondos de criba, insuflándose inmediatamente a continuación, a través de los fondos de criba y de la masa vesiculosa, una corriente de aire de 50-120° C. A causa de la constitución vesiculosa de la masa



de resolución, la corriente de aire pasa en fina distribución a través de la masa misma. A causa de ello se alcanza un gran contacto entre el nitrofosfato y el aire de desecación y correspondientemente un rendimiento relativamente grande. Para desecar también pueden utilizarse temperaturas mas elevadas, por ejemplo 170° C., de los gases de aire caliente, si se aumenta su velocidad de manera que la temperatura de la masa no ascienda sobre 60° C., preferentemente 48° C.

No obstante a la temperatura de desecación aumentada del aire hasta 120° C esta no ocasiona ningún calentamiento de la masa por encima de la temperatura de resolución de aproximadamente 50° C., porque la corriente de aire caliente conducida a través de la masa, continuamente evapora tanta agua, que el calor de evaporación necesario para ello es extraido de la corriente de aire, de manera que se impide un calentamiento de las masas. La temperatura de la masa a desecar se halla mayormente entre 40-60° C. Si la desecación se impide que sobrepase la fase de dihidrato, puede impedirse ampliamente una reversión del ácido fosfórico soluble en agua y el desarrollo de óxidos de nitrógeno.

El presente procedimiento para la obtención de nitrofosfatos pobres en agua en forma granulada, por lo tanto, está caracterizado porque se resuelven fosfatos en bruto, es decir, fosforitas con un ácido nítrico diluido de 50-60 % mediante fuerte batido y se deseca la masa de resolución caliente, pastosa-vesiculosa, encima de la temperatura de reblandecimiento, por ejemplo a 40-60° C., mediante insuflación de una corriente de aire caliente de, por ejemplo, 50-170° C., hasta que su contenido de agua sea de 2-3 Mbl. por 1 Mol. de nitrato cálcico, después de lo cual se transforma la masa desecada así obtenida en forma vesiculosa mediante mezola y espesamiento por un tratamiento des-



menzador y granulador llevándola a la forma granulada. Mediante tal conducción del procedimiento puede alcanzarse durante la desecación un paulatino endurecimiento de las masas en forma vesiculosa y evitarse por ello una concreción en un estado tenaz y compacto. El tratamiento puede efectuarse por ejemplo en tambores con órganos desmenuzadores libremente móviles o por desmigajamiento en desmenuzadores helicoidales, eventualmente después de un prensado previo a través de cribas, placas perforadas, etc.

Se tiene en cuenta, como zona favorable de temperatura para los gases de desecación la situada entre 50° y 100° C., en lo que para obtener el mejor rendimiento se llegará a 70° - 100° C. La masa de resolución misma debe hallarse sobre la temperatura de reblandecimiento del producto final. Esta temperatura varía según la calidad del fosfato en bruto y la concentración del ácido utilizado. Por tanto, la temperatura de la masa debe ser superior a 40° C pero convenientemente no debe sobrepasar 60° C. En estas condiciones de temperatura, el producto de resolución constantemente forma una masa vesiculosa-pastosa, que solo opone al paso del aire caliente una reducida resistencia, de manera que fácilmente puede insuflarse a través de la masa una corriente de aire relativamente fuerte. Es notable, que grandes cantidades de aire pueden ser insufladas a través de la masa porosa, pudiéndose utilizar por ejemplo velocidades de 0,05 m/sg. o más. Por la extracción de H₂O aumenta la temperatura de reblandecimiento del producto de resolución; la masa vesiculosa se solidifica visiblemente, en lo que sin embargo se conserva su porosidad.

El producto después de la desecación no es absolutamente uniforme, ya que a las partes mas inferiores que se hallan situadas en el lado de entrada del aire, obligadamente se les ha extraído mas agua que a las partes superiores en el lado de salida

180298



6.-

5 del aire, por ello, previamente a la granulación, la masa ha de ser bien mezclada y espesada en un mecanismo amasador o en un desmenuzador adecuadamente construido. De un modo ventajoso esta medida puede tener lugar en los aparatos de desmenuzamiento y granulación mismos.

E J E M P L O S:
=====

La obtención y la desecación de nitrofosfatos se efectúa por ejemplo como sigue:

10 1) La masa de resolución obtenida por resolución de fosfato de Túnez con HNO_3 de 50 %, que con aproximadamente 13,0 % P_2O_5 , contiene un conjunto 10,7 % P_2O_5 soluble en agua, 6,3 % de nitrógeno y 30,4 % de agua, se deseca en recipientes provistos de fondos de criba mediante aire caliente. El aire es conducido a 100° C. a través de la masa vesiculosa y porosa y sale nuevamente con una temperatura de 47° C; la temperatura de la materia seca importa 40° C. Después de 3 1/2 horas de tiempo de desecación, el producto muestra aproximadamente 15,6 % en total de P_2O_5 , 12,9 % P_2O_5 soluble en agua, 7,6 % de nitrógeno y 16,5 % de agua. Esto corresponde a un contenido de agua de aproximadamente 3 Mol. de agua por 1 Mol. de nitrato cálcico. El rendimiento de N. alcanzó 97 % del nitrógeno del ácido nítrico utilizado.

25 La desecación del nitrofosfato estaba terminada en 3 1/2 horas. La pérdida de H_2O importó en un gasto de aire de un total de 12.000 m³/to de nitrofosfato desecado, - 240 Kg., es decir por m³ de aire, en las condiciones mencionadas fueron extraídos 16,6 g. de H_2O . La velocidad del aire a través de la masa porosa de nitrofosfatos importó 0,05 m/seg.

180298



7.-

5 Para la desecación pueden utilizarse adecuadamente re-
cipientes provistos de fondo de criba. Los recipientes llenos de
la masa porosa de resolución son empujados por cargas sobre una
cinta transportadora perforada sin fin y se desecan en una cáma-
ra térmica, una especie de horno de tunel en la corriente de ai-
re que es insuflada desde abajo a través de los fondos de criba.
Los gases residuales ácidos son extraídos con una temperatura
aproximada de 40-50° C. Después de un tiempo de desecación de 4 -
8 horas, después del que la masa muestra una temperatura aproxi-
mada de 40° C., la misma es vaciada de los recipientes igualmen-
te por cargas. Los últimos se introducen de nuevo en el circui-
to.

10 Además, el mencionado modo de ejecución puede transferir-
se a un desecador rotativo que trabaja continuamente.

15 La cinta transportadora puede estar dispuesta también
como fondo perforado de criba, sobre el cual se vierte directa-
mente la masa porosa de nitrofosfato insuflándose a través el
aire caliente. Al final de la cinta transportadora es extraída
continuamente la masa desecada y a su vuelta a su lado de sali-
da nuevamente se recubre de masa fresca de resolución.

20 2) La masa de resolución obtenida mediante resolución
de fosfato de Túnez con HNO_3 , que por ejemplo muestra la siguien-
te composición:

25	P_2O_5 Total	13.0 %
	Total P_2O_5 soluble en H_2O	10.7 %
	P_2O_5 soluble en H_2O	82.5 %
	N.	6.3 %

30 se deseca con aire caliente en recipientes provistos de fondos
de criba. La temperatura de la masa de resolución importa al
principio aproximadamente 50° C. El aire utilizado para la de-



secación es insuflado con una temperatura de 150° C. a través de la masa vesiculosa-porosa mediante ventiladores, en lo que se establece las siguientes relaciones de temperaturas:

Masa de resolución de nitrofosfato:

5	Temperatura antes de la desecación	50° C.
	" después " "	43° C.

Temperatura del aire:

Antes de la entrada en la masa de nitrofosfato 150° C.

Salida de la masa de nitrofosfato 45° C.

10 Después de hacer pasar 6.500 m³ de aire caliente calculado por tonelada de nitrofosfato, la desecación estuvo terminada después de una hora. La velocidad del aire a través de la masa de nitrofosfato porosa importó en una altura de capa de 500 mm., aproximadamente 0,2 m/seg.

15 El nitrofosfato desecado mostró la siguiente composición:

P₂O₅ total 15.48 %

P₂O₅ soluble en agua 13.10 %

Total P₂O₅ soluble en agua 84.7 %

N. 7.73 %

20 HNO₃ libre 1.26 %

De la diferencia del contenido de P₂O₅ en el producto de partida y en el producto desecado se calcula la pérdida de H₂O en 190 kg. por tonelada de nitrofosfato desecado. Se determinó la pérdida de N. en 2,8 % del total de N.

25 N O T A.
=====

La presente patente de invención comprende las siguientes reivindicaciones:

30 1.- Procedimiento para la obtención de nitrofosfatos pobres en agua mediante resolución de fosfatos en bruto con ácido



nítrico y granulación de la masa de resolución, caracterizado porque se resuelven los fosfatos con un ácido nítrico diluido de 50-60 % y seguidamente se deseca la masa caliente de reacción, vesiculosa-pastosa, por encima del punto de reblandecimiento, por ejemplo a 40-60^o C., mediante insuflación de una corriente de aire caliente durante tanto tiempo hasta que muestre un contenido de 2-3 Mol. de agua por 1 Mol. de nitrato cálcico, conduciéndose después la masa deshidratada mediante mezclado y espesamiento a través de un tratamiento desmenzador y granulador, a la forma granulada.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se efectúa la desecación de la masa vesiculosa en un desecador rotativo que trabaja discontinua o continuamente.

3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque la desecación se efectúa sobre una cinta transportadora perforada, a través de la cual se insufla el aire caliente.

4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se efectúa la desecación mediante una corriente de aire caliente de 50-120^o C.

5.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se efectúa la desecación mediante una corriente de aire caliente de mas de 120^o C., y su velocidad se dimensiona correspondientemente a tal altura que la temperatura de la masa no se eleve sobre 60^o C., preferentemente 48^o C.

6.- Procedimiento para la obtención de nitrofosfatos pobres en agua.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva, la cual consta de nueve hojas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 29 de Octubre de 1947.

GUILLERMO ROMERO
P.P.