

208000

P - 10.786.-

572 S.

208000



27 FEB. 1958

MEMORIA DESCRIPTIVA  
para solicitar  
P A T E N T E D E I N V E N C I O N  
e n  
E S P A Ñ A  
por VEINTE años

a nombre de STAMICARBON N.V., entidad holandesa, establecida en 2, Van der Maessenstraat, Heerlen, Holanda, por:

" UN PROCEDIMIENTO PARA LA NEUTRALIZACION  
CON AMONIACO DE DISOLUCIONES O FUSIONES DE NITRATO DE  
CALCIO QUE CONTIENEN FOSFATO ACIDO ".-

-----

La invención se refiere a la neutralización, por medio de amoniaco, de disoluciones, o fusiones de nitrato de calcio que contienen fosfatos ácidos.

Tales disoluciones o fusiones se producen especialmente por la elaboración de nitrato de calcio, cristalizadas de disoluciones que se obtienen con el tratamien-

5

27 FEB 1908



208000

to de fosfatos con ácido nítrico en la forma descrita en la Patente británica número 339.340.

5 Se trata aquí de neutralizar los restos de las aguas madres ácidas que al separar los cristales del nitrato de calcio quedan adheridos a dichos cristales.

10 La influencia nociva de estos restos de ácidos es conocida: cuando se funde, se evapora y calcina la masa de los cristales para eliminar el agua y transformarla en un fertilizante nitrogenado corriente, el ácido presente origina una producción de vapores nítricos, lo que ocasiona pérdidas de nitrógeno y la corrosión de los aparatos.

15 Ya se ha aconsejado neutralizar la masa de cristal que tiene una reacción ácida con carbonato de calcio, óxido de calcio o hidróxido de calcio en polvo. Se ha demostrado que no era posible eliminar el ácido con una cantidad equivalente de una composición de cal, ya que las partes que contienen cal son recubiertas por una capa insoluble de fosfato de calcio que evita nuevas reacciones. Por esta razón siempre se necesitaba una cantidad bastante superior a la normal de materia neutralizante y en consecuencia se debía filtrar relativamente mucho precipitante.

20 Según la Patente española número 174.294 del solicitante, estos inconvenientes se evitan neutralizando el líquido ácido con óxido de calcio o hidróxido de calcio previamente disuelto en una disolución de nitrato de calcio, que contenía pocos iones de fosfato o ninguno. Este método, sin embargo, ofrece la desventaja de que se necesita cada vez un volumen relativamente grande de disoluciones de nitrato de

208000

27



calcio para disolver el óxido de calcio o el hidróxido de calcio.

5 También se ha propuesto ya usar como neutralizante amoniaco en lugar de carbonato de calcio, óxido de calcio o hidróxido de calcio.

Con el empleo de amoniaco, sin embargo, se ha observado la formación de un precipitante de fosfato de calcio gelatinoso que se filtra con gran dificultad.

10 Se ha descubierto ahora que con el uso de amoniaco como neutralizante para disoluciones o fusiones de nitrato de calcio que contienen fosfatos ácidos resulta un precipitante muy fácil de filtrar cuando se tienen en cuenta las siguientes condiciones:

15 1. El proceso de neutralización debe ser continuo.

2. El valor pH de la masa líquida, en la cual se introduce el amoniaco, ha de mantenerse en 4 ó 5 o entre ambos.

20 Se hace observar que cuando se ejecuta con un determinado valor pH un procedimiento de neutralización continuo se entiende por este el procedimiento en el cual cuando se conduce simultánea y continuamente a un depósito provisto de un orificio de desbordamiento una corriente de disolución ácida y una corriente de neutralizante en tal proporción que  
25 el contenido del recipiente posea siempre el mismo valor pH deseado, por el orificio de desbordamiento se evacúa continuamente el líquido neutralizado con el valor pH deseado.

Las ventajas del procedimiento según la inven-

208000



27 FEB 1933

ción respecto al método hasta ahora más empleado, en el cual se usa como neutralizante marga ( $\text{CaCO}_3$ ) o cal son las siguientes:

5                   1. Se produce sólo una pequeña cantidad de precipitante ya que no se emplea una cantidad de neutralizante superior a la normal, como es el caso con el empleo de marga, como consecuencia de que la cantidad de precipitante es menor las prensas de filtrar están menos cargadas y por lo tanto deben ser limpiadas con menor frecuencia.

10                   2. Los residuos que quedan en el filtro poseen un alto porcentaje de  $\text{P}_2\text{O}_5$ ; dichos residuos se pueden añadir sin inconveniente alguno a una nueva cantidad de fosfato en bruto a tratar con ácido nítrico.

15                   3. Al neutralizar no se produce espuma molesta, lo que, por el contrario, sucede con la neutralización con marga.

20                   Los gráficos adjuntos demuestran con claridad la facilidad con que se filtra el precipitante conseguido por el proceso de neutralización de la fusión de nitrato de calcio ácido que ha de ejecutarse teniendo presentes las condiciones arriba mencionadas. En los citados gráficos para 6 operaciones de filtración se reproducen las cantidades registradas en mililitros de materia filtrada como función del tiempo de filtración.

25                   El proceso de neutralización que precedió a la filtración tuvo lugar en diferentes circunstancias: éstas se reproducen en el adjunto cuadro:

208000 27F



C U A D R O.

Prueba filtración	Proceso de neutralización	pH	
1	Continuo con $\text{NH}_3$	4 - 5	el tiempo de neutralización 4 veces más rápido que en 1
2	Continuo con $\text{NH}_3$	4 - 5	
3	Continuo con $\text{NH}_3$	6 - 7	
4	continuo con $\text{NH}_3$	2 - 7	Durante el proceso de neutralización el pH del contenido del recipiente no fué constante por variación de la alimentación de $\text{NH}_3$
5	Discontinuo con $\text{NH}_3$	valor final 5	
6	Discontinuo con marga	valor final 5	

Por procedimiento de neutralización discontinuo se entiende el procedimiento en el cual se alimenta un recipiente lleno de un líquido ácido con la materia neutralizante necesaria hasta que se haya alcanzado el valor final pH deseado.

25

El proceso de neutralización y la filtración fueron ejecutados a una temperatura de  $85^\circ \text{C}$ ; también es posible, sin embargo, trabajar a temperaturas más bajas o más altas, pero es preferible que dicha temperatura no sea inferior a  $60^\circ \text{C}$ ., pues de lo contrario la fusión de nitrato de calcio concentrada se pone demasiado viscosa.

208000



5 La disolución de nitrato de calcio neutralizada y filtrada por este procedimiento, y por lo tanto purificada se puede seguir concentrando por evaporación hasta lograr un porcentaje de nitrógeno de 15,5% por lo menos, después de lo cual la fusión puede ser convertida en un fertilizante granulado de nitrato de calcio.

10 La presente solicitud, que corresponde a la presentada en Holanda con fecha 28 de Febrero de 1.952, bajo el número 167.776, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto-Ley sobre Propiedad Industrial.

- N O T A -

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de la presente solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

15 1º.- Un procedimiento para la neutralización con amoníaco de disoluciones o fusiones de nitrato de calcio que contienen fosfato ácido, después de lo cual el sedimento originado por esta neutralización se separa en la forma conocida, por ejemplo, por filtración de la disolución o fusión  
20 con la característica que la neutralización se ejecuta en forma

- 6 -

208000



continua, en la cual el valor pH del líquido en el que se introduce el amoníaco se mantiene durante la neutralización en o entre los valores 4 y 5.

5                    2º.- El procedimiento para la transformación de disoluciones o fusiones de nitrato de calcio que contienen fosfato ácido en un fertilizante de nitrato de calcio granulado con la característica que la disolución o la fusión se neutraliza previamente según el procedimiento de la reivindicación 1ª, después de lo cual, una vez separado del precipitante la disolución o fusión purificada de nitrato de calcio  
10 se trata en la forma ordinaria hasta lograr el fertilizante granulado.

15                    3º.- Un procedimiento para la neutralización con amoníaco de disoluciones o fusiones de nitrato de calcio que contienen fosfato ácido.

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

20                    La presente Memoria consta de siete hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

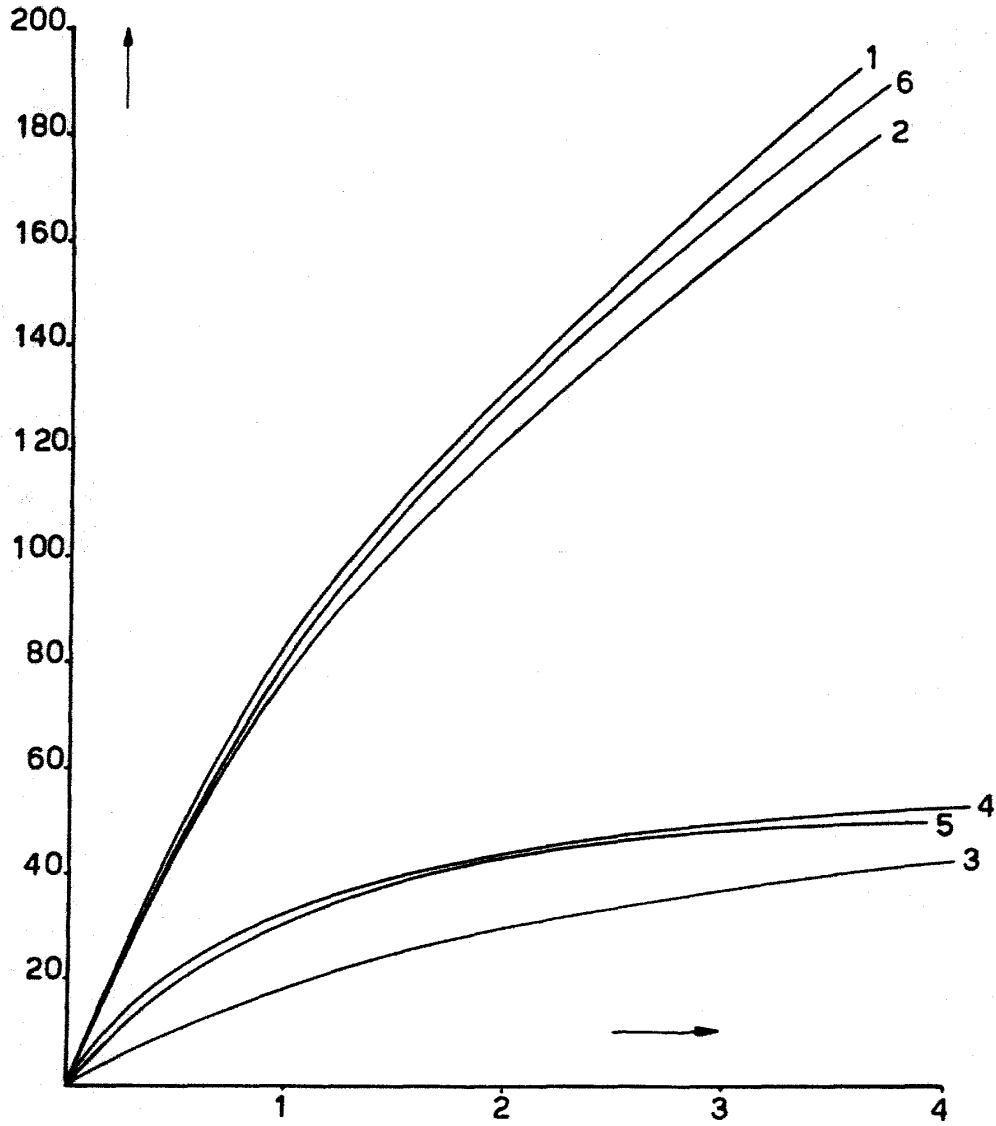
Madrid,

6 MAY. 1953  
P. A.

*Jos. Encuberto*  
Por Poder.

208000

278



Alberto de Linares  
*Carla*