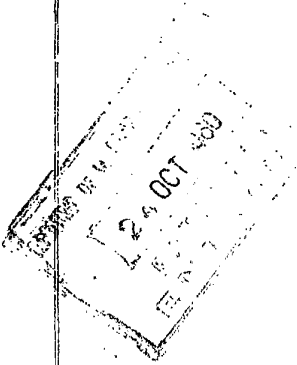




24



20 19 59

261925

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de una

.....
PATENTE DE INVENCION

por veinte años en España, por "PROCEDIMIENTO PARA LA
FABRICACION DE FOSFATO BIFAMONICO MEDIANTE LA NEUTRALI-
ZACION DE ACIDO FOSFORICO CON AMONIACO EN UN SATURADOR."

.....
a favor de

PANMETALS AND PROCESSES INC.
.....

domiciliado en 8-40, Avenida Central. PANAMA (República
de Panamá).

Inventor: Edgard Jadot, de nacionalidad belga.
.....

Prioridad: Solicitud Patente Francesa nº 808.728,
de fecha 28 de Octubre de 1959.

26192



La fabricación de fosfato biamónico a partir de ácido fosfórico obtenido por vía seca y de amoníaco, es fácil y de realización corriente. Consiste esencialmente en neutralizar en un saturador el ácido fosfórico mediante amoníaco en condiciones conocidas de pH, temperatura y concentración, asegurando la cristalización del fosfato biamónico formado; separar seguidamente en una secadora los cristales de fosfato biamónico de sus aguas madres; y volver a introducir éstas en el saturador.

Este procedimiento ha resultado prácticamente irrealizable si se utiliza ácido fosfórico de vía húmeda, a causa de las impurezas que éste contiene, especialmente Fe_2O_3 , Al_2O_3 , F y SO_3 . Los contenidos en Fe_2O_3 y Al_2O_3 no dependen prácticamente más que del análisis del mineral fosfatado que ha servido para preparar el ácido fosfórico, en tanto que el contenido en F depende del mineral y del procedimiento de fabricación del ácido fosfórico y el contenido en SO_3 sólo depende de este procedimiento. Determinados ensayos han permitido comprobar que durante la neutralización del ácido fosfórico por el amoníaco, los iones $(NH_4)^+$ y $(HPO_4)^{-}$ precipitan sobre los gérmenes de fosfato biamónico presentes, contribuyendo así a la formación de los cristales; pero estos cristales no pueden admitir en su red las impurezas del ácido; éstas permanecen pues en las aguas madres. Después de la separación de los cristales por oreo, estas aguas madres son introducidas de nuevo en el saturador, donde se reproduce el mismo fenómeno. Así, el contenido en impurezas de las aguas madres aumenta incesantemente y al cabo de algunos ciclos operativos alcanzar el límite de solubilidad para las condiciones de trabajo; en este momento las impurezas precipitan sobre los gérmenes presentes, impidiendo así su desarrollo y haciendo muy difícil su separación por oreo. Además se advierte en ese momento un marcado incremento de la viscosidad de las aguas madres, que hace prácticamente imposible una realización conveniente de los fenómenos químico (reacción) y físico (cristalización).



Estas dos acciones conjugadas, complicación de la reacción y de la cristalización por una parte y envasamiento del precipitado cristalino por las impurezas por otra parte, hacen prácticamente imposible la continuación de la operación en condiciones industriales económicas.

5 Con vistas a evitar estas dificultades, un procedimiento conocido efectúa en primer lugar la neutralización del ácido fosfórico hasta un pH de 4 a 4,5 en condiciones tales que las impurezas, especialmente Fe_2O_3 y Al_2O_3 , sean incorporadas en compuestos que precipitan y son separados por filtración; tratándose seguidamente la solución filtrada en 10 una segunda fase de neutralización para ser transformada en fosfato biamónico. Este se obtiene en estado cristalino y muy puro, pero este procedimiento en dos fases de neutralización es complicado, la filtración del precipitado intermedio es difícil y este precipitado es difícil de valorizar.

15 Otro procedimiento conocido evita la cristalización del fosfato biamónico, la separación de los cristales por oreo y la recirculación de las aguas madres. Consiste este procedimiento en espesar la pasta que sale del saturador (mezcla de aguas madres y de cristales) mezclándola con producto seco, granular y secar el conjunto que es seguidamente cri 20 bado para separar el producto de granulometría conveniente, mientras que las otras fracciones, después de una trituración eventual, son recicladas en el espesado de la pasta. Debido a la incorporación de las impurezas, es imposible obtener un producto de muy elevada concentración. Además, la enorme recirculación de producto secado hacia el espesado exige 25 la manipulación de un 1.000 % aproximadamente de la producción. La obtención de un producto siempre granulado es otro inconveniente, especialmente cuando debe incorporarse en abonos compuestos.

30 La invención prevé un procedimiento que permite el empleo de ácido fosfórico de vía húmeda y no presenta las inconveniencias mayores inherentes a los procedimientos conocidos. Las investigaciones y experiencias efectuadas por la solicitante han permitido comprobar que se puede perfectamente hacer reaccionar el ácido fosfórico sobre el amoníaco pa-

261925²⁴



5 ra formar fosfato biamónico y hacer cristalizar este en aguas madres, en las que la relación entre las impurezas y el P_2O_5 (cuya relación se denominará "grado de impurezas") es superior a la que existe generalmente en el ácido fosfórico de vía húmeda, a condición de que este grado de impurezas permanezca inferior al que caracteriza al límite de solubilidad a partir del cual es obstaculizada la cristalización del fosfato biamónico.

10 Según la invención, la fijación del grado de impurezas de las aguas madres al nivel deseado y el mantenimiento de este nivel se realizan efectuando sobre las aguas madres, que después del oreo son introducidas de nuevo en el saturador, una purga de importancia apropiada.

Igualmente según la invención, la parte de estas aguas madres que no es introducida de nuevo en el saturador es pasada a un secador para obtener un producto utilizable como abono.

15 El dibujo adjunto representa esquemáticamente una instalación para la puesta en práctica del procedimiento según la invención.

20 En este dibujo, 1 designa el saturador, depósito en el que el ácido fosfórico conducido a 2 es neutralizado por amoníaco conducido a 3, guardando unas condiciones tales de pH, temperatura y concentración que el fosfato biamónico formado cristaliza. La masa resultante de la reacción es introducida seguidamente en una secadora 4 donde son separados los cristales de fosfato biamónico 5 de sus aguas madres, que son evacuadas por el conducto de regreso 6, marchando al saturador. Esta instalación corresponde a la utilizada para la fabricación de fosfato biamónico a partir de ácido fosfórico obtenido por vía seca y por consi-
 25 guiente puro. En la instalación conocida, toda la masa de las citadas aguas madres es conducida al saturador 1 con el empleo de una bomba 7. Para la puesta en práctica de la presente invención, se retira una fracción apropiada de las aguas madres de la circulación 6 por un conducto
 30 de purga 8, cuyo caudal puede regularse mediante una bomba dosificadora 9 que la envía al secador 10, de donde se recoge un producto seco 11

2816254 OC



conveniente como abono, por ejemplo/pulverulento.

La importancia relativa de la cantidad de aguas madres a retirar por la purga depende del contenido en impurezas del ácido fosfórico. Debe ser tal que el grado de impurezas de las aguas madres circulantes, en lo que se refiere al Fe_2O_3 y al Al_2O_3 , no rebasa el valor:

$$\frac{Fe_2O_3 + Al_2O_3}{P_2O_5} = 0,10$$

Esta es la condición esencial que conviene respetar para la puesta en práctica del procedimiento según la invención. Aunque los grados de impurezas secundarios no sean de una importancia primordial, es sin embargo conveniente mantenerlos en los límites siguientes:

$$\frac{F}{P_2O_5} \leq 0,10$$
$$\frac{SO_3}{P_2O_5} \leq 0,30$$

En la práctica, basta con cuidar de que la importancia relativa de la purga sea más fuerte que la que conduciría a los grados de impurezas límites tolerables en las aguas madres, a fin de que estos grados permanezcan inferiores a esos límites y que el proceso se desarrolle normalmente sin ninguna dificultad especial. La adaptación del procedimiento al tratamiento de ácidos fosfóricos procedentes de fosfatos diversos es fácil, pues basta con adaptar la importancia relativa de la purga a los contenidos de impurezas de los productos iniciales.

El tratamiento de la fracción de las aguas madres que constituye la purga permite obtener un producto muy interesante como abono. En efecto, el producto del secado de estas aguas madres contiene generalmente del 15 al 20 % de nitrógeno y del 35 al 45 % aproximadamente de P_2O_5 soluble en el agua y el citrato. La composición preferida es sin embargo del 16 % aproximadamente de nitrógeno y del 40 % aproximadamente de P_2O_5 soluble en el agua y el citrato, puesto que estos contenidos

261925



están en la misma relación que los del fosfato biamónico y permiten la adición eventual de nitrógeno nítrico en forma de nitrato de amoníaco, proporcionando todavía un abono bien equilibrado.

5 A título de ejemplo se puede citar el empleo de ácido fosfórico de vía húmeda preparado a partir de fosfato Kola y conteniendo los siguientes grados de impurezas:

$$\frac{\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Al}_2\text{O}_3}{\text{P}_2\text{O}_5} = 0,025; \quad \frac{\text{F}}{\text{P}_2\text{O}_5} = 0,018; \quad \frac{\text{SO}_3}{\text{P}_2\text{O}_5} = 0,06$$

10 El procedimiento según la invención ha sido realizado en buenas condiciones manteniendo las impurezas de las soluciones circulantes en grados que alcanzan aproximadamente los siguientes valores:

$$\frac{\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Al}_2\text{O}_3}{\text{P}_2\text{O}_5} = 0,085; \quad \frac{\text{F}}{\text{P}_2\text{O}_5} = 0,07; \quad \frac{\text{SO}_3}{\text{P}_2\text{O}_5} = 0,20$$

15 Se ha comprobado que los cristales de fosfato biamónico separados por oreo arrastran algunas impurezas en las relaciones siguientes:

$$\frac{\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Al}_2\text{O}_3}{\text{P}_2\text{O}_5} = 0,007; \quad \frac{\text{F}}{\text{P}_2\text{O}_5} = 0,004; \quad \frac{\text{SO}_3}{\text{P}_2\text{O}_5} = 0,02$$

20 Al establecer el balance, se comprueba que en estas condiciones, aproximadamente un 80 % del P₂O₅ presente en el ácido inicial se vuelve a encontrar en forma de fosfato biamónico cristalizado conteniendo del 50 al 52 % de P₂O₅ y del 20 al 21 % de N, mientras que un 20 % aproximadamente pasa a la purga, dando un producto seco, por ejemplo pulverulento, que contiene del 40 al 42 % de P₂O₅ y del 15 al 16 % de N.

25 Se comprende que el procedimiento según la invención permite fabricar fosfato biamónico cristalizado en condiciones industriales económicas partiendo de ácido fosfórico de vía húmeda, gracias a un método sencillo de control del grado de impurezas de las aguas madres, que basta con mantener inferior a los límites indicados. Este procedimiento puede realizarse con ayuda de una instalación conocida para la fabricación de fosfato biamónico a partir de ácido fosfórico de vía seca, 30 a la que sólo hay que añadir los órganos deseados para efectuar la pur



ga y secar las aguas madres así retiradas.

El procedimiento presenta además otras ventajas, entre las que pueden citarse:

5 a) No existen desechos ni subproductos, pues los dos productos terminados tienen un valor comercial elevado; por una parte, el fosfato biamónico cristalizado, semejante al obtenido a partir de ácido fosfórico puro de vía térmica; por otra parte, el producto del secado de la purga que constituye un abono de buena composición, muy interesante en razón de la presencia de una gran cantidad de F_2O_5 .

10 b) El procedimiento es fácil de realizar y evita especialmente toda separación, siempre muy difícil, de precipitado de hierro y de alúmina.

15 c) El procedimiento puede adaptarse fácilmente al tratamiento de ácidos procedentes de fosfatos diversos, adaptando la importancia relativa de la referida purga de manera que se mantenga el grado de impurezas en los límites indicados anteriormente, en particular el de Fe_2O_3 y Al_2O_3 .

20 d) El procedimiento es de una gran flexibilidad de aplicación, puesto que los grados de impurezas a respetar son máximos que determinan la importancia relativa mínima de la purga a efectuar.

25 Si otras razones lo exigen (por ejemplo una demanda relativamente mayor de producto de secado de la purga, variación del análisis a impartir a este producto, etc.), se puede aumentar a voluntad la importancia relativa de la purga, lo que se traducirá en una disminución de los grados de impurezas de las soluciones circulantes.

NOTA

En resumen la Patente de Invención que se solicita, recaerá sobre las reivindicaciones siguientes:

30 1º PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE FOSFATO BIAMONICO MEDIANTE LA NEUTRALIZACION DE ACIDO FOSFORICO CON AMONIACO EN UN SATURADOR, caracterizado por la separación del fosfato biamónico cristalizado for

261925



mado de las aguas madres y recirculación de estas aguas madres hacia el saturador, y porque se utiliza ácido fosfórico de vía húmeda y se opera sobre la vuelta de las aguas madres hacia el saturador una purga de importancia relativa tal que el grado de impurezas $\frac{Fe_2O_3 + Al_2O_3}{P_2O_5}$ en las soluciones circulantes no pase de 0,10 aproximadamente.

2º Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque las aguas madres de la purga son tratadas en un secador para dar un producto seco, por ejemplo pulverulento, utilizable como abono, que contiene del 15 al 20 %, preferentemente el 16 % más o menos de N, y del 35 al 45 %, preferentemente alrededor del 40 %, de P_2O_5 soluble en agua y en el citrato.

3º Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque la importancia relativa de la purga se determina de manera que el grado de impureza $\frac{F}{P_2O_5}$ en las soluciones circulantes no pase de 0,10 aproximadamente.

4º Procedimiento según la reivindicación 1, 2 ó 3, caracterizado porque la importancia relativa de la purga se determina de manera que el grado de impureza $\frac{SO_3}{P_2O_5}$ de las soluciones circulantes no pase de 0,30 aproximadamente.

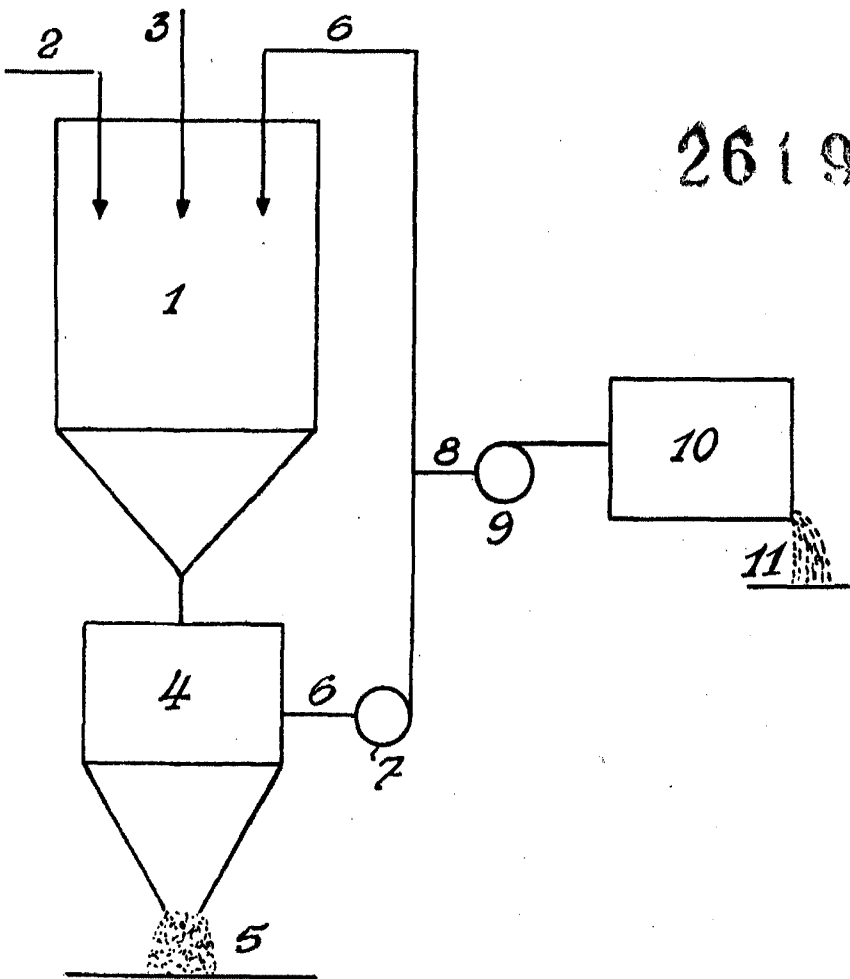
5º PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE FOSFATO BIFONICO MEDIANTE LA NEUTRALIZACION DE ACIDO FOSFORICO CON AMONIACO EN UN SATURADOR.

Todo conforme se reivindica en la presente memoria que consta de ocho páginas escritas a máquina y dibujos que se acompañan.

Madrid, 24 de Octubre de 1.960

ALFONSO UNGRIA

261925



261925

ESCALA VARIABLE
MADRID, 14 DE Octubre DE 1920
RODRIGO UNGRÍA