

287337

P.- 24.500
360/63

24 ABR 1963



1963

Rehecha I

287337

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 APPAREILS ET EVAPORATEURS KESTNER, entidad francesa, establecida en 7, Rue de Toul, Lille (Norte) Francia.

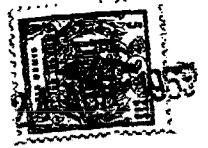
por:

" PROCEDIMIENTO DE CONCENTRACION DE ACIDO
FOSFORICO "

En las instalaciones de producción de ácido fosfórico por ataque de fosfato tricálcico bruto por el ácido sulfúrico, se obtiene un ácido a una concentración en general próxima a 30% de pentóxido de fósforo

5 P₂O₅. Para responder a las exigencias de las normas de venta e igualmente de utilización racional de este ácido, este es concentrado consecuentemente a un contenido de 50% de pentóxido de fósforo.

10 Esta concentración es realizada, o bien en evaporadores tubulares de tipo conocido, calentados por



medio de vapor, o bien en concentradores en los cuales gases a elevada temperatura son puestos en contacto directo con el ácido, pero este último tipo de concentrados ofrece un inconveniente muy grave que consiste en el lanzamiento a la atmósfera de grandes cantidades de gases ácidos. La concentración en evaporadores tubulares no ofrece este inconveniente.

Cualquiera que sea el tipo de evaporador utilizado, esta operación de concentración es costosa. En efecto, para llevar a 50% el contenido en pentóxido de fósforo P_2O_5 de una cantidad de ácido fosfórico, compuesta de 1.000 kg de P_2O_5 y 2.333 kg de agua, ácido concentrado por consiguiente a 30% de P_2O_5 , es preciso evaporar 1.333 kg. de agua. Esta operación implica un consumo aproximado de 1.700 kg. de vapor, si se trata de un evaporador tubular, o de 100 kg de fuel oil, si se trata de un evaporador de contacto directo con los gases calientes. En estas mismas fabricaciones de ácido fosfórico, se utiliza en general ácido sulfúrico suministrado a la fabricación a 98% de H_2SO_4 , pero antes de introducir este ácido en la fabricación propiamente dicha, se diluye frecuentemente para llevarlo a un contenido de 70% de H_2SO_4 , que conviene mucho mejor para la fabricación. El empleo directo de un ácido concentrado a 98% aportaría perturbaciones en la fabricación. Esta operación de dilución por el agua es realizada en general en un aparato de dilución especial.

El objeto del invento es un procedimiento de concentración del ácido fosfórico según el cual las operaciones de concentración del ácido fosfórico y de

287337



dilución del ácido sulfúrico utilizado en la fabricación del ácido fosfórico de poca concentración son asociadas de manera particularmente económica.

5 Este procedimiento se caracteriza por el hecho de que la concentración se hace bajo vacío en un evaporador constituido por un cambiador de calor de superficie, mientras que el vapor de agua de evaporación emitido es captado por condensación en el ácido sulfúrico concentrado y que los calores de condensación del va
10 por y de dilución del ácido sulfúrico son utilizados para el caldeo de dicho evaporador por la utilización como fluido calentador del ácido sulfúrico diluido que ha captado el agua de evaporación.

El invento será descrito ahora con referencia al dibujo anejo que representa, a título de ejemplo y de manera esquemática, una instalación que permite la puesta en práctica del procedimiento, instalación a la cual se extiende igualmente el invento.

Para la alimentación de la instalación con ácido fosfórico a concentrar está previsto un conducto 1 que desemboca en la cámara de entrada de un evaporador 2 constituido por un cambiador de superficie y que tiene un conducto de entrada 3 y un conducto de salida 4 de fluido calentador.

25 En el caso del ejemplo representado, se trata de un evaporador de haz de tubos rodeado de obstáculos que obligan al fluido calentador a seguir un recorrido sinuoso favorable a un buen cambio de calor. Los tubos en la parte superior del aparato desembocan en una
30 cámara de salida unida por un conducto de vapor 5 a un

287337



1963

separador 6, que tiene en su parte baja un conducto 8 de evacuación de ácido fosfórico concentrado y cuya parte alta comunica por un conducto 9 de evacuación de vapor con un condensador 10 de mezcla.

5 Una trompa o bomba de vacío 12 unida por un conducto 13 con la parte alta del condensador 10 asegura el vacío en la instalación y la evacuación de los gases incondensables.

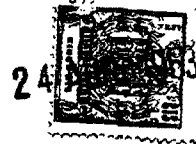
10 El condensador está unido todavía de tal manera a los conductos 3 y 4 de fluido calentador del evaporador 2, que una bomba 16 intercalada en uno de estos conductos asegura la circulación de este fluido calentador el cual, según el invento, es ácido sulfúrico, en el condensador y el evaporador. Un conducto de alimentación 11 ramificado en derivación en un punto del circuito así constituido está destinado a la introducción de ácido sulfúrico concentrado en la instalación.

15 En el caso particular del ejemplo de realización representado en el dibujo, el condensador 10, un conducto 14, la bomba 16, el conducto 3, el evaporador 2, el conducto 4, se suceden en el sentido del recorrido del circuito de ácido sulfúrico y el conducto de alimentación 11 está ramificado sobre el conducto 3 de impulsión de la bomba 16.

20 Un conducto 15 está previsto sobre el condensador 10 para la evacuación del ácido sulfúrico diluido.

25 Los conductos 4, 9 y 14 desembocan de tal manera en el condensador 10 que se realice un contacto íntimo entre el ácido sulfúrico concentrado y el vapor.

287337



que procede del separador 6. El condensador 10 puede por consiguiente estar constituido por una columna de burbujeo o por una columna de rociado del tipo lavador, por ejemplo.

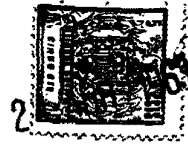
5 Cambiadores de calor de superficie pueden estar montados, o bien sobre el conducto 9, o bien en el circuito de ácido sulfúrico, sobre el conducto 4 por ejemplo, o sobre uno y otro.

10 Finalmente los conductores 8 y 15 de evacuación de los ácidos fosfórico concentrado y sulfúrico diluido están equipados con dispositivos o desembocan en éstos, dispositivos clásicos que permiten contrapesar la presión atmosférica, habida cuenta de la depresión que reina en la instalación. En el ejemplo de realización
15 representado, estos dispositivos están constituidos por conductos 8 y 15 cuyo extremo inferior abierto está sumergido en recipientes colectores y cuya altura es suficiente para que la presión ejercida por la columna de ácido contenido pueda contrapesar la presión atmosférica.
20 ca.

La puesta en práctica del procedimiento según el invento con ayuda de la instalación citada es la siguiente:

25 El ácido fosfórico a concentrar penetra en el evaporador 2 por el conducto 1 y recorre el interior de los tubos calentados. El vapor de evaporación producido se separa del ácido fosfórico concentrado en el separador, el ácido concentrado sale por el conducto 8, el vapor de evaporación producido sale por el conducto 9 y
30 es condensado en el condensador de mezcla 10. Este con-

287330



densador bajo vacío es recorrido por el ácido sulfúrico en curso de dilución y precisamente la dilución es hecha por el vapor de agua producido en el evaporador. Por el hecho de la condensación del vapor de agua por el ácido y por el hecho de la dilución efectuada, el ácido sulfúrico se recalienta intensamente y es el calor captado por este ácido el que calienta el evaporador.

A este efecto, el ácido calentado es recogido por la bomba 16 y es impulsado a través del haz y al exterior de los tubos del evaporador.

El ácido sulfúrico concentrado es admitido por el conducto 11 en el circuito y el ácido diluido es extraído por el conducto 15 del condensador. La aspiración de los gases incondensables, y la puesta bajo vacío del conjunto es efectuada por una bomba o trompa de vacío 12.

Eventualmente, el cambiador 17 sobre el conducto 4 que puede servir para enfriar o para calentar, equilibrará el calor disponible en el ácido sulfúrico que circula y el necesario para la evaporación del agua del ácido fosfórico.

En general, por lo demás, es un excedente de calor el que se tiene y el cambiador 17, enfriado por circulación de agua, elimina el excedente de calor.

El cambiador 7 sobre el conducto 9, por su parte, desempeña la misión de un condensador auxiliar que permite condensar un poco de vapor por un medio auxiliar tal como una circulación de agua, en el caso en que la cantidad de vapor correspondiente a la evaporación del ácido fosfórico fuera superior a la posibilidad de

287337



absorción del ácido sulfúrico.

En general, el equilibrio es casi alcanzado en lo que concierne a la cantidad de calor disponible del que se tiene casi siempre un ligero exceso y en lo que concierne a la posibilidad de absorción de agua por el ácido sulfúrico, es decir, que los cambiadores 7 y 17 están inutilizados.

El ejemplo práctico dado a continuación mostrará como se presenta un caso concreto. Se trata, a título de ejemplo, de una fábrica que trata fosfato de Marruecos que contiene 34 a 35% de anhídrido fosfórico P_2O_5 ; el contenido de este fosfato en sales solubles en el ácido era tal que el consumo de ácido sulfúrico, habida cuenta de las pérdidas en fabricación, es de 2.950 kg. por 1.000 kg de P_2O_5 .

Este ácido sulfúrico es suministrado a la fábrica a una concentración de 98% en H_2SO_4 .

El ácido fosfórico débil es producido con un contenido en P_2O_5 de 30% y se desea concentrarlo a 50% de P_2O_5 .

Se vé que la cantidad de agua a evaporar por tonelada de P_2O_5 es de:

$$\frac{1000}{0,3} - \frac{1000}{0,5} = 1333 \text{ kg.}$$

Si se admite que el ácido sulfúrico está diluído al 70% de H_2SO_4 , que es un valor conveniente para su entrada en fabricación, se ve que la cantidad de agua captada por el ácido sulfúrico es, durante el mismo tiempo, de:

$$\frac{2950}{0,70} - \frac{2950}{0,98} = 1204 \text{ kg.}$$

287337



Esto quiere decir que en este ejemplo, se
rá preciso eliminar:

$$1333 - 1204 = 129 \text{ kg.}$$

5 de vapor por el condensador 10 o cualquier otro medio.

Cuando en lugar de fosfatos de Marruecos
relativamente ricos, se utilizan fosfatos de Túnez, por
ejemplo, el consumo relativo de ácido sulfúrico aumenta,
las posibilidades de captación de agua aumentan, es de-
10 cir, que la cantidad de vapor a condensar disminuye y
puede llegar a ser nula.

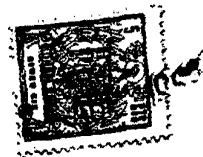
Desde el punto de vista del calor neces-
ario para la evaporación y disponible en el ácido en cir-
culación, es siempre excedente.

15 A título de ejemplo, si se vuelve a tomar
el caso precedente y suponiendo que el ácido fosfórico
débil sea introducido en el evaporador a una temperatura
de 40°C y salga concentrado del evaporador a una tempera-
tura de 60°C, se debe realizar la evaporación bajo una
20 presión absoluta de 60 mm de Hg. La evaporación de un kg.
de agua, requiere, en estas condiciones, proporcionar al
evaporador aproximadamente 600 cal/kg de agua evaporada,
o sea, aplicado a 1000 kg de P_2O_5 :

$$25 \quad 1333 \times 600 = 800.000 \text{ calorías,}$$

mientras que la cantidad de calor disponible en el ácido
sulfúrico es determinada como sigue:

287337



calor de condensación del vapor
 $565 \times 1204 = 680.000$

calor de dilución del ácido sulfúrico a razón de 100 cal. por kg de H_2SO_4 para dilución de 98% a 70% de $H_2SO_4 = 2950 \times 100 = 295.000$

Total = 975.000 cal.

Lo que significa que se tendrá que eliminar por el cambiador o refrigerante 17

$975.000 - 800.000 = 175.000$ calorías

Desde el punto de vista del cambio de calor en los haces de tubos del evaporador 2, se encontrarán las condiciones siguientes, que corresponden a un funcionamiento bajo una presión absoluta de 60 mm Hg.:

- Temperatura de entrada del ácido fosfórico : 40°C.
- Temperatura de salida del ácido fosfórico : 60°C.
- Temperatura del ácido sulfúrico que entra en el evaporador, correspondiente a la tensión de 60 mm, para ácido concentrado a 70% de H_2SO_4 : 95°C.

El régimen de temperatura anterior está dado a título indicativo. Naturalmente, estas temperaturas del régimen son variables en función de la presión absoluta bajo la cual se actúa y podrán ser reducidas disminuyendo esta presión, es decir aumentando el vacío, o aumentadas, aumentando la tensión de vapor, es decir, disminuyendo el vacío.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Francia el 8 de Enero de 1963, bajo el número P.V. 920.805, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vi

287337



gente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

A 5

- N O T A -

10 Los puntos de invención propia y nueva que se
presentan para que sean objeto de esta solicitud de Pa-
tente de Invención en España, por VEINTE años, son los
siguientes:

15 19.- Procedimiento de concentración de
ácido fosfórico, caracterizado por el hecho de que la
concentración se hace bajo vacío en un evaporador cons-
tituido por un cambiador de calor de superficie, mientras
que el vapor de agua de evaporación emitido es captado
por condensación en el ácido sulfúrico concentrado y que
20 el calor de condensación del vapor y de dilución del áci-
do sulfúrico es utilizado para el caldeo de dicho evapo-
rador por la utilización como fluido calentador del áci-
do sulfúrico diluido que ha captado dicha agua de evapo-
ración.

25 20.- Procedimiento de concentración según
la reivindicación 1, caracterizado porque el vapor de agua
de evaporación es condensado en un condensador de mezcla
en el cual circula el ácido sulfúrico enfriado por su pa-
so en contacto con la superficie de cambio del evapora-
30 dor.

287337



32.- Procedimiento de concentración según la reivindicación 1, caracterizado por que el vapor de agua de evaporación es condensado en un condensador de mezcla en el cual circula el ácido sulfúrico enfriado por su paso en contacto con la superficie de cambio del evaporador, estando el circuito del ácido sulfúrico constantemente alimentado de ácido sulfúrico concentrado, mientras que ácido sulfúrico diluido es evacuado del condensador.

10 42.- Procedimiento de concentración según la reivindicación 1, 2 y/o 3, caracterizado porque el ácido sulfúrico diluido por el agua de evaporación es utilizado para la fabricación del ácido fosfórico destinado a ser concentrado, fabricación en el curso de la cual un 15 fosfato es atacado por el ácido sulfúrico.

52.- Procedimiento de concentración según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque el vacío bajo el cual son realizadas la evaporación y la condensación corresponde a una presión absoluta 20 ta aproximada de 60 mm de Hg.

62.- Instalación para la puesta en práctica del procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, que comprende un evaporador de superficie cuya cámara inferior está unida a una fuente de ácido fosfórico a concentrar y cuya cámara superior de salida de vapor comunica con un separador para la separación del ácido concentrado y del vapor de agua, separador que tiene en su parte alta un conducto de vapor de agua que le une a un condensador de mezcla y en el cual está eventualmente 25 te intercalado un cambiador de calor de superficie, con- 30

287337



3
5
10
15
20

densador en la parte superior del cual desemboca un con-
ducto de aspiración unido a una bomba o trompa de vacío,
estando intercalado todavía el condensador en un circui-
to de ácido sulfúrico que comprende, sucediéndose en el
sentido del recorrido, dicho condensador, una bomba de
circulación, el recinto del fluido calentador del evapo-
rador y eventualmente un refrigerante de superficie mon-
tado sobre un conducto que une dicho recinto de fluido
calentador al condensador, mientras que por una parte di-
cho conducto de vapor de agua, dicho conducto que une dicho
recinto de fluido calentador al condensador y el conduc-
to que une el condensador a la bomba de circulación desem-
bocan de tal manera en el condensador que es realizado
un contacto íntimo entre el vapor y el ácido y que, por
otra parte, están previstos conductos de evacuación, uno
para el ácido fosfórico concentrado, sobre el separador,
y el otro, para el ácido sulfúrico diluido, sobre el con-
densador, estando ramificado todavía un conducto de ali-
mentación para el ácido sulfúrico concentrado en un pun-
to de dicho circuito de ácido sulfúrico.

72.- PROCEDIMIENTO DE CONCENTRACION DE
ACIDO FOSFÓRICO.

Tal y como se ha descrito en la Memoria
que antecede, representado en el dibujo que se acompaña

25



y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de trece hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid,

24 ABR 1963

P. A.

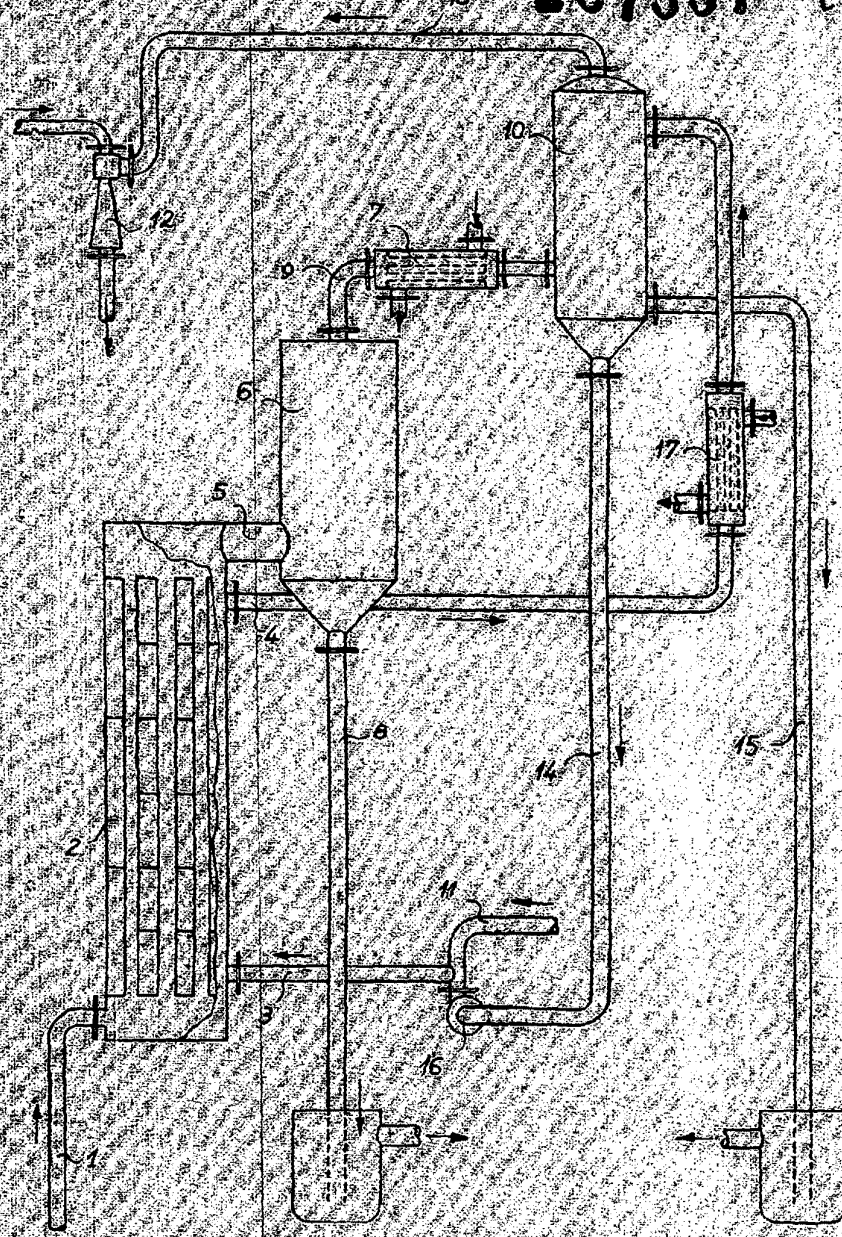
Alberto de Elizaburu
Por Poderes

287337

~~E.F.G. -~~

- 13 -

287337



Alberto de El...
Inventor