



289514

MEMORIA DESCRIPTIVA

DE

UNA PATENTE DE INVENCION, POR VEINTE AÑOS, EN ESPAÑA,  
A FAVOR DE PRODUITS CHIMIQUES FECHNEY-SAINT-COBAIN,  
DE NACIONALIDAD FRANCESA, RESIDENTE EN PARIS, 16 AVE-  
NUE DE MATIGNON, Y UNION CHIMIQUE-CHEMISCHE BEDRIJVEN,  
DE NACIONALIDAD BELGA, RESIDENTE EN BELGICA, 4 CHAUSSÉE  
DE CHARLEROI-SAINT-GILLES-LEZ-BRUXELLES.

sobre

"PERFECCIONAMIENTO EN LA FABRICACION EN CONTINUO DE  
ACIDO FOSFORICO".-

289514



La presente invención en la que ha colaborado el señor Bernard BIGOT, se refiere a la fabricación en continuo del ácido fosfórico por vía húmeda y concierne a la filtración de la papilla de ataque, al acondicionamiento y a la filtración de los licores después de acondicionarlos. Se entiende por acondicionamiento un tratamiento que lleva al ácido a condiciones satisfactorias de pureza y de concentración para las ulteriores fabricaciones.

La fabricación por vía húmeda del ácido fosfórico entraña el ataque de los fosfatos por la mezcla de ácido sulfúrico y ácido fosforico devuelto al ciclo. El ácido fosfórico devuelto al ciclo en la cuba de ataque, con objeto de obtener un medio suficientemente fluido durante las reacciones y las cristalizaciones, comprende el ácido recogido durante el primer lavado y una cierta cantidad de ácido fuerte filtrado. La papilla de ataque es llevada a temperaturas del orden de 60 a 85º C, según los procedimientos. La filtración de esta papilla, que tiene por objeto separar los insolubles, se hace generalmente en caliente, bajo vacío. A continuación de esta filtración, se obtiene un ácido que no es siempre claro. Este ácido es entonces o bien enviado a almacen y utilización, o bien sometido al acondicionamiento, siendo la papilla obtenida sometida seguidamente a una nueva filtración.

Por otro lado, durante la filtración de la papilla de ataque resulta una ligera concentración del ácido y sobre todo un enfriamiento apreciable que prosigue en los depósitos de almacenaje, en los conductos y, en general, en toda la instalación. Se comprueba entonces la lenta formación de un precipitado compuesto principalmente por fluosilicato, sulfato de cal y materias orgánicas. Esta precipitación progresiva es debida al lento desplazamiento de los equilibrios entre los iones afectados, a las pequeñas variaciones de su solubilidad con la temperatura y a la viscosidad del medio. La precipitación podría continuar durante meses, y tiende a producir una incrustación perjudicial para la instalación,



200514

en particular para los depósitos de almacenamiento. Durante la concentración del ácido, estas impurezas dan lodos que dificultan la buena marcha de las operaciones y limitan, por ello mismo, los porcentajes de P2O5 que se podrían alcanzar.

5 Es conocido purificar el ácido fosfórico por vía húmeda añadiendo sales de bario para eliminar los iones sulfúricos y también sales alcalinas para precipitar el ácido fluosilícico presente, operaciones designadas con los nombres "desulfatación" y "desfluoración". Estas operaciones son en general delicadas de conducir, porque la precipitación es incompleta y las filtraciones se realizan mal.

10 Es conveniente recordar que en la fabricación de superfosfatos concentrados pulverulentos granulados, el porcentaje de P2O5 asimilable accesible es disminuido del 1 al 3% por estas mismas impurezas. Esta observación puede hacerse también en lo que concierne al fosfato de amoníaco y los abonos compuestos.

15 El procedimiento que constituye el objeto de la presente invención y su puesta en práctica tienden a evitar estos inconvenientes y a proporcionar un ácido fosfórico de vía húmeda concentrado, perfectamente claro.

20 El procedimiento según la invención tiende también a provocar la desaturación y/o la precipitación acelerada de las impurezas en el seno del ácido en las condiciones habituales de utilización.

La invención tiene también por objeto un procedimiento para obtener un ácido fosfórico claro, que contenga ya sales alcalinas.

25 La invención tiene por objeto un procedimiento de filtración que consiste, durante la filtración en continuo, en recoger en parte una fracción de cabeza de licor de filtración, fracción que es devuelta al ciclo en la cuba que contiene la papilla a filtrar.

30 Según otra característica del procedimiento se provoca la precipitación de las impurezas bajo una forma filtrable, en continuo, al nivel

200514



final, en un medio que ha alcanzado su equilibrio.

Dicho procedimiento abarca en combinación el enfriamiento y la  
maturación del licor resultante de la filtración de la papilla de ataque.  
Eventualmente, puede abarcar la combinación del enfriamiento y de la ma-  
5 turación con una purificación química provocada por la adición de reactivos  
que forman precipitados con los elementos a extraer y, en caso necesario,  
con una clarificación por introducción de agentes clarificadores,  
comprendiendo la purificación química citada aisladamente o en combinación  
la desfluoración, la desulfatación y la eliminación de los iones calcio,  
10 operaciones realizadas respectivamente por adición de sales alcalinas, sales  
de calcio o aportación de iones sulfúricos, como se explicará más adelante.

La invención contempla un perfeccionamiento en el procedimiento  
de fabricación de ácido fosfórico concentrado, de vía húmeda, perfecciona-  
miento caracterizado porque se añade, según la naturaleza del fosfato de-  
15 seado, un exceso de sal alcalina con relación a la cantidad necesaria para  
la desfluoración, o bien una mezcla de sal alcalina y de sal del metal co-  
rrespondiente a este fosfato.

Según un modo de realización preferido de la invención, se utili-  
zan como sales de metales alcalinos o sales de amonio los carbonatos y/o  
20 los sulfatos, siendo el exceso de iones sulfúricos eliminado por adición  
de fosfato de cal, en particular un fosfato natural.

La invención comprende en particular una singular forma de reali-  
zación que permite, durante la filtración continua, bien del ácido fosfóri-  
co bruto proveniente de la cuba de ataque, o bien del ácido que sale de la  
25 cuba de acondicionamiento, asegurar una buena separación de las impurezas  
precipitadas. Prevé una modificación de los filtros continuos y de los cir-  
cuitos de filtración que permite recoger directamente soluciones concentra-  
das limpiadas de ácido fosfórico. Esta modificación consiste en reservar sobre  
el filtro continuo una zona de recolección correspondiente a una zona fil-  
30 trante preliminar denominada a continuación "presector", a la cabeza de  
la cual se vierte la papilla proveniente respectivamente de la cuba de ata-

200514



que o de la cuba de acondicionamiento, siendo el ácido filtrado por esta zona recolectado a parte del ácido que filtra através del resto de la zona de filtración. La superficie reservada a la zona "presector" (zona de recolección preliminar) es adaptada al porcentaje de devolución al ciclo más frecuentemente adoptada. Esta superficie es tal que la proporción de ácido que la atraviesa representa como mínimo el 20% de la producción para los porcentajes de devolución al ciclo más bajos (80% de la producción) (siendo la "producción" la parte enviada al acondicionamiento o a la utilización), pudiendo esta proporción sobrepasar el 100% de la producción en el caso de porcentajes de retorno al ciclo elevados (más de 200% de la producción). Cuenta tenida de la velocidad de paso superior de las primeras fracciones, la superficie de la zona presector puede variar entre 5 y 50%, en general 10-20%, de la superficie total de la zona de filtración correspondiente al ácido fuerte.

En el caso de la filtración de la papilla de ataque, el ácido recogido bajo la zona "presector" es mezclado con las aguas del primer lavado, siendo el ácido fuerte recogido bajo la otra parte de la zona de filtración un ácido claro, del que una pequeña parte será devuelta al ciclo para ajustar la mezcla en la cuba de ataque a la riqueza en materias sólidas deseada, y el resto, la producción, será enviado o bien al acondicionamiento, o bien a almacén o directamente a la utilización.

Si se trata de la papilla proveniente de la cuba de acondicionamiento, el ácido recogido bajo el presector será devuelto al ciclo con las aguas de lavado del acondicionamiento, o a la cuba de ataque, el ácido recogido bajo la otra parte de la zona de filtración será enviado a las fabricaciones subsiguientes.

El enfriamiento y maduración tienen por objeto precipitar las impurezas inestables, es decir las que provocarían depósitos e incrustaciones en tanto que la eventual precipitación química tiene por objeto la eliminación de los elementos perjudiciales para las fabricaciones ulteriores.

Ambos resultados precedentes, es decir, el enfriamiento y la maduración, son obtenidos de una manera simple, a saber:



000514

Para la maduración, se dispone para el ácido a tratar un tiempo de permanencia suficientemente largo en la cuba de acondicionamiento. La solicitante ha hallado que el tiempo de permanencia en la cuba debe ser de al menos 3 horas. Un modo particularmente simple de puesta en práctica consiste en prever una cuba de acondicionamiento que presente un volumen suficientemente grande en función del gaudal de ácido suministrado pero muy reducido con relación al de una cuba de almacenamiento habitual, siendo mantenido constante el nivel del líquido en esta cuba de acondicionamiento.

Para el enfriamiento, este último es obtenido haciendo llegar ácido fuerte filtrado en una mezcla que se encuentra al nivel final y en equilibrio desde el punto de vista de las concentraciones, de la temperatura, del estado de la papilla y de la precipitación de las impurezas. Según un modo de puesta en práctica muy simple, se hace llegar el ácido fuerte filtrado a una cuba mantenida a un nivel constante y a temperatura constante gracias a una circulación de fluido refrigerador por una doble cubierta, un serpentín, como de recirculación, o mejor, merced a un soplado de aire en la cuba. Este último modo de puesta en práctica permite realizar un batido y una agitación suplementaria de los licores para asegurar el mantenimiento en suspensión de las partículas de precipitado.

La adición de los reactivos que deben servir para la precipitación química será determinada en función del uso previsto para el ácido y de las exigencias de pureza impuestas por las fabricaciones subsiguientes. Cuando se trata de eliminar el ión sulfurico, es conocido añadir una sal de bario que permite la precipitación muy completa del sulfato correspondiente, pero las sales de bario son reactivos costosos. La solicitante ha hallado ventajoso precipitar la mayor parte de los iones sulfúricos con ayuda de una sal de calcio como el carbonato de cal y perfeccionar, si es preciso, la precipitación con una cantidad mucho menor de una sal de bario.

Una sal de calcio particularmente ventajosa es el fosfato de cal

289514



JUL 1963

natural, que permite precipitar bajo forma de sulfato de calcio el máximo de iones sulfúricos, siendo éstos así utilizados para atacar el fosfato y producir una cantidad suplementaria de ácido fosforico.

5 Si se desea eliminar el ión calcio, se procederá añadiendo iones sulfuricos para precipitar la mayor parte del calcio presente bajo forma de sulfato y rebajar la solubilidad del sulfato de calcio, en la medida en que estos iones añadidos no sean perjudiciales, o bien en que son deseables para la fabricaciones ulteriores.

10 Para eliminar el flúor presente bajo forma de ácido fluosilicico, se introducirá en la cuba de acondicionamiento una sal de sodio o potasio, tal como los carbonatos, que precipitarán el fluosilicato alcalino correspondiente.

15 En el caso en que sea necesario o bien deseable realizar la eliminación combinada del fluor y el calcio, la aportación de reactivos necesarios se hará bajo forma de un sulfato alcalino, por ejemplo de sosa o potasa. Operando así, los iones alcalinos de las sales provocan la precipitación del ácido fluosilícico, y los iones sulfúricos provocan una precipitación mayor del sulfato de calcio, por el hecho de que su presencia entraña una disminución de la solubilidad de la sal en cuestión.

20 Si se desea un ácido fosfórico que contenga ya fosfatos alcalinos, se realizará la eliminación combinada del fluor y del calcio añadiendo un sulfato alcalino, siendo este último añadido en exceso, y la precipitación del exceso de ion sulfúrico por adición de fosfato de cal natural. Haciendo esto, se aporta, a la solución, una nueva cantidad de ácido fosfórico; lo que permite remontar todavía la riqueza en  $P_2O_5$  del ácido. Bien entendido que se introduce el sulfato que posee el ion metálico  
25 que se desee conservar en la sal del ácido fosfórico final.

30 Para la fabricación de combinaciones de fosfatos metálicos (fosfatos mixtos o mezclas de fosfatos metálicos), se introducirán varias sales o mezcla de sales de metales diferentes.

209514 2



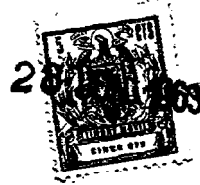
En el caso de una mezcla de sales, el metal a introducir bajo forma de sulfato será elegido de modo a obtener el balance económico óptimo, cuenta tenida de los valores respectivos de las otras fuentes del mismo metal o de los otros metales de la combinación. Si se utiliza una sal de un metal cuyos derivados fluorados son solubles, se puede introducir un sulfato alcalino en proporción suficiente para asegurar la precipitación del fluor. Esta última puede también ser realizada previamente al acondicionamiento, por ejemplo por utilización de una sal de soda o de una sal alcalina en la fabricación del ácido fosfórico, bien en el ataque, o bien en el curso de una operación intermedia.

Por el contrario, si se desea realizar al mismo tiempo la desfluoración y la desulfatación, se añadirá simultáneamente una sal de sodio, por ejemplo carbonato y una sal de calcio tal como el carbonato o mejor el fosfato, en este caso un fosfato natural.

Puede también ser deseable flocular las materias orgánicas en suspensión fina o semi-coloidal. En este caso, se hará uso de ciertos de los numerosos agentes de floculación conocidos. Se pueden también añadir materias absorbentes, tales como el carbón activo, que permitirán la fijación de las materias orgánicas solubles. Bien entendido que esta floculación puede ser realizada sola o en combinación con cualquier depuración química de las antes descritas.

El ácido recogido en el presector contiene en suspensión, el precipitado más fino, enviado al ácido medio, se encuentra diluido y no peligra ya de cegar los circuitos, y es devuelto al ciclo en la cuba de ataque del fosfato. En cuanto al ácido concentrado, filtrado por la parte del filtro que sigue al presector, es límpido y puede ser directamente almacenado. Se observa que, mediante esta disposición, se forma en cierto modo, en continuo, una capa previa con el producto a filtrar y que es posible recoger en continuo un ácido filtrado concentrado y obtener igualmente las otras fracciones habituales provenientes de lavados ulteriores del precipitado, a saber el ácido medio, que resulta del primer lavado, que es devuelto al ciclo en la cuba de ataque con la fracción que

209514



sale del presector, el o los otros ácidos diluidos formados por las diferentes aguas de lavado, siendo cada uno de ellos utilizado como agua de alimentación para la fase de lavado precedente, siendo el agua pura introducida en cabeza de la última zona de lavado.

5                   Otra ventaja de la invención reside en el hecho de que el ácido recogido bajo el presector arrastra con él, además de las impurezas que atraviesan el filtro cuando la capa sobre las telas lo permite todavía, también el agua retenida por las telas y paredes internas del filtro después del lavado, la separación del precipitado y la limpieza de las telas. Por este hecho, el ácido claro recogido después de la filtración en la zona que sigue al presector no está absolutamente diluido y presenta una riqueza superior al que se obtiene a partir de la misma cuba de ataque filtrado sobre un filtro sin presector. Esta ventaja será apreciada por el hecho de que, para una concentración dada del ácido a obtener, se podrá partir de papillas menos concentradas, lo que permite mejores características de fabricación. La ventaja será tanto más marcada, cuanto más elevada sea la concentración buscada.

10

15

La invención permite además utilizar telas de filtros obtenidas a partir de monofilamentos y que resultan de un tejido menos apretado, que permiten velocidades de filtración más elevadas que las telas que se deben utilizar, si se desea obtener directamente licores claros.

20

Por lo mismo, la fase de enfriamiento y maduración combinadas, eventualmente asociadas a una precipitación por vía química, realizadas en continuo al nivel final, permite rebajar el porcentaje de impurezas a un valor bien inferior al que se obtiene, en el mismo tiempo, durante tratamientos discontinuos y progresivos. Así el procedimiento de la invención permite obtener una "desaturación" del 90% para un tiempo de permanencia un poco superior a dos horas, en tanto que esta duración de permanencia debería ser de al menos doce horas para obtener este valor en el caso en que la saturación se produce de modo progresivo. Pero las ventajas del pro-

25

30

239514

28

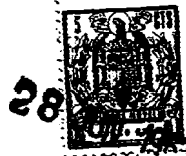


cedimiento según la invención son todavía más marcadas por el hecho de que se utiliza, para las filtraciones, tanto la de la papilla de ataque como la papilla de acondicionamiento, un filtro con preseector. Gracias al empleo de un filtro con preseector durante la filtración de la papilla de ataque, se eliminan impurezas que serían perjudiciales para el acondicionamiento o la filtración subsiguiente de la papilla obtenida por este tratamiento, y se obtiene un ácido más concentrado dado que el ácido filtrado en el preseector ha arrastrado el agua retenida por las telas del filtro. Utilizando un filtro con preseector para filtrar la papilla que resulta del acondicionamiento, se obtiene un ácido que es más claro y que presenta un porcentaje de ácido fosfórico más elevado, por el hecho de que el ácido no ha sufrido dilución por el agua retenida por las telas y las paredes del filtro después de las operaciones de descarga y limpieza del filtro.

Durante la puesta en práctica de la invención, es decir añadiendo un exceso de sulfato, se obtiene un ácido fosfórico que contiene un fosfato que presenta un porcentaje de  $P_2O_5$  más elevado y se puede llegar a saturar el 50% y, en casos favorables, incluso hasta el 75% de la primera acidez fosfórica utilizándose una materia prima de bajo precio para aportar los iones metálicos deseados, de donde una gran ventaja desde el punto de vista económico.

La combinación de la filtración, el acondicionamiento y la purificación según la invención proporciona ventajas todavía muy superiores a la suma de las ventajas obtenidas en cada una de las fases, habiendo sido éstas separadas para mejor analizar el fenómeno.

Para una mejor comprensión del procedimiento, a continuación se hace una descripción de la realización, utilizada para la presente invención, con referencia al adjunto dibujo. Debe quedar sin embargo entendido que este modo de realización es dado a título ilustrativo y no restrictivo y que se pueden aportar al mismo toda clase de modificaciones útiles para



200514

su puesta en práctica, sin salir del cuadro de la invención.

El dibujo adjunto es un esquema que ilustra de modo convencional la puesta en práctica, sobre filtro de vacío con lavado metódico, siendo limitado el número de lavados esquematizados por razones de simplicidad.

5                    Sobre el esquema adjunto se observa una instalación que lleva una cuba de ataque (1) cuyo contenido puede ser enviado gracias a un conducto (2) sobre un filtro de vacío continuo (3), representando de modo convencional, estando animada la parte filtrante con un movimiento continuo de izquierda a derecha. Este filtro comprende una zona de filtración que  
10                    corresponde a una zona de recogida preliminar llamada "presector" (4) en cabeza y a una zona de recogida de ácido claro denominada "zona de ácido fuerte" (5) seguida de una zona de primer lavado (6) o zona de "ácido medio" y de una zona de segundo lavado o zona de "ácido débil" (7). Una caja de vacío (7a) lleva unas separaciones (8-9-10), que permiten recoger separadamente los licores que filtran en las cuatro zonas, delimitando cuatro arcones de filtración, un arcón (11) para el ácido del presector, un arcón (12) para el ácido fuerte, un arcón (13) para el ácido medio y un arcón (14) para el ácido débil, estando unidos el arcón (11) del presector y el arcón (13) del ácido medio por los conductos (15 y 16) a un mismo  
15                    pozo de succión (17), correspondiendo los arcones (12 y 14) a las zonas de ácido fuerte y ácido débil y siendo unidos a pozos de succión (18 y 19) respectivamente por los conductos (18a y 19a). Estos tres pozos de succión están unidos por un conducto (20) a una fuente de vacío no representada.

25                    De la parte inferior de los pozos de succión (17, 18 y 19) parten unos conductos (21, 22 y 23) que constituyen columnas barométricas entre los pozos de succión y los pozos de recepción (24, 25 y 26) para recoger respectivamente el ácido medio (24), el ácido fuerte (25) y el ácido débil (26). Un conducto (27) une al pozo de recepción (25) de ácido fuerte a un pozo de repartición (27a), del que parten dos conductos (27b-27c)  
30



229514

uniendo el conducto (27b) el pozo (27a) a la cuba de ataque (1), dividiéndose el conducto (27c) en (27d) en dos conductos, uno (27e) que va hacia las utilizaciones, y el otro (27f) que conduce a una cuba de acondicionamiento (28). Otro conducto (29) une el pozo de recepción de ácido medio (24) a la cuba de ataque (1), y finalmente un conducto (30) parte del pozo de recepción (26) de ácido debil para entrar por la cabeza de la zona de primer lavado (6), por la cabeza de la zona de segundo lavado (7) entra un conducto (31) para traer el agua pura.

La cuba (28) de acondicionamiento está provista de uno o varios dispositivos (32) para la introducción de los reactivos de acondicionamiento y de medios de agitación (33).

De la cuba de acondicionamiento (28) parte un conducto (34) que entra por la cabeza de un filtro continuo (35) que tiene una zona de filtración, que corresponde a una "zona de recolección presector" (36) y a una zona de recolección "de ácido acondicionado" (37), y una zona de lavado (38), llevando una caja de vacío (38a) unas separaciones (39 y 40) y permite recoger los licores filtrados en los arcones de filtración, un arcón (41) para el presector, un arcón (42) para el ácido acondicionado y un arcón (43) para las aguas de lavado, siendo el agua pura introducida por un conducto (44) en cabeza de la zona de lavado (38).

El arcón (41) para el ácido del presector y el arcón (43) para las aguas de lavado están unidos por conductos (45 y 46) a un pozo de succión (47) en tanto que el arcon (42) para el ácido acondicionado claro no diluido, está unido por un conducto (46) a un pozo de succión (49) estando ambos pozos de succión (47 y 49) unidos por un conducto (50) a una fuente de vacío no representada.

De la parte inferior de los pozos de succión (49 y 47) parten los conductos (51 y 52) que forman columnas barométricas, respectivamente hacia un pozo de recepción (53) para el ácido acondicionado, y hacia un pozo de recepción (54) para la mezcla ácido del presector-agua de lavado.

289514



Del pozo de recepción (53) se evacua el ácido acondicionado por un conducto (55) hacia el almacén o la fabricación. El pozo de recepción (54) para la mezcla está unido por un conducto (56) a un pozo de repartición (57) del que parten un conducto (58) hacia la cuba de acondicionamiento (28) y un conducto (59) hacia la cuba de ataque (1).

Como se representa en el dibujo precedente, el funcionamiento de la instalación es el siguiente:

La papilla que proviene de la cuba de ataque (1) es vertida por el conducto (2) en cabeza de la zona presector (4) del filtro continuo (3). En el arcón de filtración (11) que corresponde a la zona del presector (4) se recoge un ácido turbio y parcialmente diluido por el agua retenida por las telas o las paredes del filtro, ácido que se desliza por el conducto (15) en el pozo de succión (17) en tanto que en el arcón de filtración (12), que corresponde a la zona de ácido fuerte, se recoge un ácido claro no diluido, que se desliza en el pozo de succión (18) y luego por el conducto (22) que forma columna barométrica, en el pozo de recepción (25); a partir de aquí, se tomará el ácido fuerte por el conducto (27) para enviarle al pozo de repartición (27a), de donde la producción es enviada por (27c) o bien a la utilización directa por (27e), o bien al acondicionamiento por (27f). El excedente de ácido fuerte es devuelto al ciclo en la cuba de ataque (1) por el conducto (27b).

En cabeza de la zona de primer lavado, o ligeramente delante del pase por encima del tabique (9) entre las zonas de "ácido fuerte" y "ácido medio", se pulveriza sobre la torta "el ácido débil", luego definido.

En la zona de filtración que corresponde al primer lavado, se recoge en el arcón (13) un ácido medio que se desliza, por el conducto (16) en el pozo de succión (17) con el ácido del presector, pasando la mezcla seguidamente por el conducto (21) que forma columna barométrica, al pozo de recepción (24); desde allí, se la hace pasar por el conducto

299514



(29) a la cuba de ataque (1).

En el caso en que no se hagan más que dos lavados, como se ha representado en el dibujo por razones de simplicidad, se lleva por el conducto (31) el agua pura necesaria para el segundo lavado, agua que se pulveriza, en cabeza o ligeramente delante del paso sobre el tabique (10) Si se hace más de dos lavados, se llevará por (31) "el ácido débil" que resulte del tercer lavado, repitiéndose la misma operación en las diferentes fases y siendo el agua pura introducida en cabeza de la última. El ácido débil recogido en el arcón (14) correspondiente se desliza por el conducto (19a) en el pozo de succión (19) y de allí, por el conducto (23) que forma columna barométrica, en el pozo de recepción (26) a partir del cual se vuelve a tomar para devolverle por el conducto (30) en cabeza de la primera zona de lavado (6).

Como se observa, los pozos de succión (17,18,19) están unidos por el conducto (20) a la misma fuente de vacío.

En el caso en que se haga un acondicionamiento (purificación), se introducen eventualmente en la cuba (28) por el dispositivo (32) los reactivos a añadir y se agita la mezcla gracias al dispositivo esquematizado en (33), mezcla que se vierte en cabeza del presector (36) del filtro (35).

Como para la filtración de la papilla de ataque, el ácido recogido en el arcón (41) que corresponde al presector (36) es turbio y ligeramente diluido por el agua retenida por las telas o paredes, en tanto que el ácido recogido en el arcón (42) que corresponde a la superficie de filtración delimitada por los arcones (39 y 40) es puro, perfectamente límpido, no diluido, se desliza por el conducto (48) en el pozo de succión (49) y de allí pasa por el conducto (51) que forma columna barométrica al pozo de recepción (53), de donde se le extrae por el conducto (55) para expedirle al almacén o directamente a las fabricaciones o a los utilizadores.

200514



El ácido recogido en el presecor (36) pasa del arcón (41) al pozo de succión (47), donde se mezcla con las aguas de lavado formadas por el ácido recogido en los arcones (43) bajo la zona de lavado (38), siendo el agua pura introducida por el conducto (44) en cabeza de la zona de lavado o ligeramente delante del paso de la tela filtrante sobre el tabique (40). Bien entendido que se puede, si se desea, prever otras fases de lavado, siendo estas operaciones realizadas con devolución al ciclo de las aguas, como se ha descrito en detalle para la filtración de la papilla de ataque sobre el filtro (3).

El ácido que resulta de la mezcla, en el pozo de succión (47) del ácido del presecor y las aguas de lavado pasan por el conducto (52) que forma columna barométrica en el pozo de recepción (54). A partir de éste, la mezcla es enviada por el conducto (56) al pozo de repartición (57) y de allí, bien hacia la cuba de ataque (1) por el conducto (59), o bien hacia la cuba de acondicionamiento (28) por el conducto (58), o bien repartida entre ambas cubas (1) y (28).

A continuación se citan unos ejemplos para mostrar de modo más preciso el efecto del procedimiento desde el punto de vista cuantitativo. El ejemplo 1 muestra el efecto del acondicionamiento simple, es decir sin precipitación química, los ejemplos 2 a 5 inclusive ponen en evidencia el efecto del acondicionamiento combinado con diferentes modos de realización de la depuración química, el ejemplo 6 permite apreciar la ventaja suplementaria obtenida filtrando con filtro con presecor. Los ejemplos 7, 8, 9 muestran los efectos obtenidos realizando el procedimiento con las diferentes combinaciones posibles.

EJEMPLO 1º

Diez metros cúbicos de ácido fosfórico 32% de  $P_2O_5$  que provienen de la filtración a 75° C de una papilla de ataque de fosfato de Taiba son enviados, por hora, a una cuba de acondicionamiento de una capacidad de 60m<sup>3</sup>.



209514

El ácido y las materias en suspensión que provienen de la filtración son mantenidas en agitación a la temperatura de 45°C por insuflación de aire.

5 El nivel de la cuba es mantenido constante por una bomba al hilo del agua, que envía la papilla a un decantador centrífugo continuo que separa el ácido de las materias en suspensión. En el curso de este tratamiento, el ácido ha perdido por metro cúbico cerca de 50 Kilogramos de materias sólidas constituidas principalmente por yeso y fluosilicato de sosa. No deposita prácticamente más en los depósitos de almacenamiento y las cisternas destinadas a su transporte hasta los lugares de utilización.

EJEMPLO 2

15 Un ácido fosfórico 33% de  $P_2O_5$  proveniente del ataque a 75° C de un fosfato de Marruecos 70%, destinado a la fabricación de un super concentrado de vía líquida de una riqueza de 48% de  $P_2O_5$  asimilable, es enviado a razón de 15 metros cúbicos por hora a una cuba agitada de capacidad 60 m<sup>3</sup>, enfriada a una temperatura de 40°C por circulación de agua fría. El porcentaje del ion  $SO_4$  expresado en  $SO_4H_2$  alcanza 25 gramos/litro, se añaden en continuo, por hora, en la cuba 350 Kgs. del mismo fosfato de Marruecos 70% bruto.

20 La papilla es tomada constantemente y enviada a un filtro continuo, de tambor, bajo vacío, de una superficie de filtración efectiva de 3 metros cuadrados.

25 Los porcentajes de  $P_2O_5$  -  $F_2$  -  $SO_4H_2$  -  $CaO$  del ácido antes y después del tratamiento, son respectivamente de 33 y 33,8% - 1,90 y 1,50 1,85 y 0,60 - 0,45 y 0,60.

EJEMPLO 3

30 El ácido fosfórico al 30% de  $P_2O_5$  proveniente del ataque a 78°C de un fosfato de Mauru, es destinado a la fabricación de un sulfofosfato diamónico rico: 20-20-0 y derivados : 15-15-15 ... de los que solamente

000514



el  $P_2O_5$  soluble en agua es valorizado.

El ácido producido a razón de 8 metros cúbicos por hora contiene, por litro, en total (materias en suspensión comprendidas) 15 gramos de Fluor, 26 gramos de sulfatos expresados en  $SO_4H_2$  y 12 gramos de cal.

5 En la cuba de acondicionamiento agitada, de 30 metros cúbicos, mantenida a  $45^{\circ}C$ , se añaden en continuo 300 Kgrs. por hora de ácido sulfúrico al 92% de  $SO_4H_2$  aportando cerca de 35 gramos/litro de  $SO_4H_2$  al ácido fosfórico.

10 Este ácido después de filtrado continúa bajo vacío, no contiene por litro más que 11 grs. de Fluor, 44 grs. de  $SO_4H_2$  y 2 grs. de cal; después de un complemento de adición de ácido sulfúrico y amoniación, permitirá alcanzar las riquezas buscadas con un pérdida, bajo forma de  $P_2O_5$  insolubilizado, reducida al mínimo.

EJEMPLO 4

15 Un ácido fosfórico 30% de  $P_2O_5$  producido a razón de 10 metros cúbicos por hora por ataque de un fosfato de Togo y destinado a la fabricación de fosfato de sosa es enviado a una cuba de 40 metros cúbicos, enfriada a  $40^{\circ}C$ .

20 Se añaden simultáneamente en esta cuba 300 kgrs. por hora de carbonato de sosa; el producto de acondicionamiento es enviado a una secadora centrífuga continua.

Sobre el ácido creado, el porcentaje de Fluor ha caído de 30 a 3 grs. por litro, aunque la proporción de yeso en suspensión y sobresaturación es reducida en 12 grs/litro.

25 La separación de las impurezas precipitadas en la neutralización y la cristalización de las sales de sosa pueden efectuarse en buenas condiciones sobre tal ácido.

EJEMPLO 5

30 El mismo ácido del ejemplo precedente es esta vez adicionado en las mismas condiciones con 300 kgrs. por hora de sulfato de potasa.

709514



El porcentaje de Fluor cae a las proximidades de 2 grs/litro y además, el porcentaje de cal que estaba estabilizado en 6 grs/litro en el ejemplo precedente cae, esta vez, a 2,5 grs/litro despues de separación.

5 Este ácido presentará características muy favorables tanto para la producción de fosfaros y piro fosfatos agrícolas o abonos solubles o líquidos, como para la fabricación de sales puras.

EJEMPLO 6

10 Para poner en evidencia las ventajas de la invención, hemos reunido en un cuadro los resultados de ensayos comparativos. Todos estos ensayos corresponden a las condiciones de fabricación siguientes:

- Materia prima: Fosfato de Marruecos ..... 75%
- Concentración en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> ..... 30%
- Temperatura en la cuba de ataque ..... 75°C
- 15 Duración ..... 6 horas

Se realiza la filtración sobre telas "Saran" monofilamentos, porosidad 6.000 (M<sup>3</sup>/ h/ m<sup>2</sup> - aire).

Para la filtración de la papilla de la cuba de acondicionamiento se utiliza un filtro con presector, salvo en el último ensayo.

- 20 Durante el acondicionamiento se añade:
- para la desulfatación : fosfato bruto,
  - para la desfluoración únicamente: carbonato de sodio,
  - para la desfluoración y la desulfatación combinadas: sulfato de sodio, mas fosfato de cal.

25 Sobre el ácido recogido, como de costumbre hay las riquezas: P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, F<sub>2</sub>, SO<sub>4</sub>H<sub>2</sub>, CaO, y se expresan los porcentajes en gramos por litro.

C U A D R O

Acido bruto: filtración sobre	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	F <sub>2</sub>	SO <sub>4</sub> H <sub>2</sub>	CaO
30 filtro habitual ...	375	23,0	30,0	10,0
filtración sobre				
filtro con pre-				
sector .....	400	21,0	21,0	5,0



000514

Acido acondicionado:

filtración sobre filtro con presector:

- después de acondicionamiento

simple (sin adición de reactivos) 410 18,0 18,0 3,0

5 - después de desfluoración sola 425 2,0 18,0 3,0

- después de desulfatación sola 420 18,0 8,0 3,5

- después de desfluoración y

desulfatación ..... 435 2,0 8,5 4,0

filtración sobre filtro sin presector:

10 - después de desfluoración y

desulfatación ..... 425 2,5 9,0 4,5

EJEMPLO 7

15 El ataque a 75°C de un fosfato de Florida 75%, molido, ha conducido a la producción de 20 metros cúbicos por hora de ácido fosforico 32% de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, destinado a la producción de un fosfato biamónico rico 18-50-0 y fórmulas derivadas.

20 El ácido es enviado en continuo a una cuba de una capacidad de 80m<sup>3</sup> enfriada a 45°C, en la que se adicionan simultáneamente por hora: 2 toneladas de sulfato de amoniaco y 2 toneladas del mismo fosfato Pebble 75% molido.

El ácido tratado, separado por filtración continua bajo vacío no contiene más que 0,65% de SO<sub>4</sub>H<sub>2</sub> y 0,40 % de CaO y es directamente utilizable para la fabricación del fosfato biamónico.

EJEMPLO 8

25 El ácido fosfórico 30% de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> producido por el ataque de un fosfato de Togo 78% bruto, a 80°C, es enviado a razón de 15 m<sup>3</sup> mantenida a 50°C.

30 Se introducen cada hora, simultaneamente y en continuo, en esta misma cuba: 1,800 kgs de sulfato de sosa anhidrido, 1,700 kgs. de fosfato de Togo 78% y 20 kgs. de carbón activo, La papilla es filtrada sobre un

2205142



filtro continuo, de tambor, bajo vacío, de una superficie efectiva de 5 metros cuadrados.

Los porcentajes de los principales constituyentes del ácido antes y después del tratamiento son los siguientes:

5	$P_2O_5$ : 30 - 30,8	$F_2$ %: 1,85 - 0,20
	$SO_4H_2$ %: 1,70 - 0,80	CaO %: 0,35 - 0,45

El ácido acondicionado es utilizable, con o sin almacenamiento intermedio, para todas las fabricaciones de sales de sosa puras:

Orto -, Piro -, Polifosfatos.

10 EJEMPLO 9

10 toneladas/hora de ácido fosfórico 30% de  $P_2O_5$  que resultan del ataque del fosfato de Marruecos 75% son enviadas a una cuba de reacción de una capacidad de 60 m<sup>3</sup>, enfriada a 40°C. Esta cuba recibe simultáneamente por hora: 1.500 kgs. del mismo fosfato de Marruecos 75% molido y 1.900 kgs de sulfato de potasa anhidrido. La papilla es tomada constantemente para filtración bajo vacío. El ácido filtrado, desulfatado y desfluorado en gran medida, contiene una cantidad de fosfato mono-potásico que corresponde al 50% de la cantidad teórica. Este ácido es utilizable para las diversas fabricaciones de sales de potasio puras o combinado a otras sales metálicas.

NOTA

En resumen, esta patente de invención recaerá sobre las siguientes reivindicaciones:

25 1ª.- Perfeccionamiento en la fabricación en continuo del ácido fosforico, caracterizado porque consiste en recoger separadamente, durante la filtración en continuo, una fracción de cabeza de licor de filtración, fracción que es devuelta al ciclo en la cuba de la que se ha extraído la papilla a filtrar.

30 2ª.- Perfeccionamiento, según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la mencionada fracción de cabeza de licor de filtración de la papilla de ataque es mezclada con las aguas del primer lavado, siendo el



1963

209514

conjunto devuelto a la cuba de ataque.

5 3ª.- Perfeccionamiento, según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la fracción de cabeza de licor de filtración de papilla de acondicionamiento es devuelta al ciclo en las cubas de acondicionamiento, eventualmente en las cubas de ataque

10 4ª.- Perfeccionamiento, según las reivindicaciones 1ª a 3ª, caracterizado porque consiste asimismo en disponer en los filtros continuos utilizados una zona de recogida de ácido fuerte filtrado, que está dividida por un tabique en dos partes correspondientes a superficie de filtración desiguales, siendo ambos espacios así delimitados unidos a fuentes de vacío comunes a los diferentes sectores del filtro.

15 5ª.- Perfeccionamiento, según las reivindicaciones 1ª a 4ª, caracterizado porque los filtros aludidos anteriormente llevan una parte de la zona de recogida del ácido fuerte que se encuentra en cabeza del filtro correspondiente a una superficie de filtración inferior a la de la segunda parte de dicha zona de recogida del ácido fuerte.

20 6ª.- Perfeccionamiento, según las reivindicaciones 1ª a 5ª, caracterizados porque dichos filtros llevan una zona de recogida de ácido fuerte unida al circuito del líquido que resulta del primer lavado.

25 7ª.- Perfeccionamiento, según las reivindicaciones 1ª a 6ª, caracterizado porque consiste además en provocar, después de la filtración de la papilla de ataque, la precipitación de las impurezas bajo forma filtrable, en continuo, al nivel final de temperatura y de composición, y que comprende en combinación el enfriado y la maduración del ácido filtrado.

30 8ª.- Perfeccionamiento, según las reivindicaciones 1ª a 7ª, caracterizado porque comprende en combinación, la precipitación de las impurezas conforme a la reivindicación séptima y la purificación química por adición de reactivos que forman precipitados con los elementos a eliminar y eventualmente por adición de agentes clasificadores.

9ª.- Perfeccionamiento, según las reivindicaciones 7ª y 8ª,

200514



caracterizado porque consiste también en utilizar para la precipitación agentes de desulfatación y desfluoración.

10ª.- PERFECCIONAMIENTO EN LA FABRICACION EN CONTINUO DE ACIDO FOSFORICO", según queda descrito y reivindicado en la precedente memoria y nota reivindicatoria, que constan de 22 páginas mecanografiadas y dibujo adjunto.

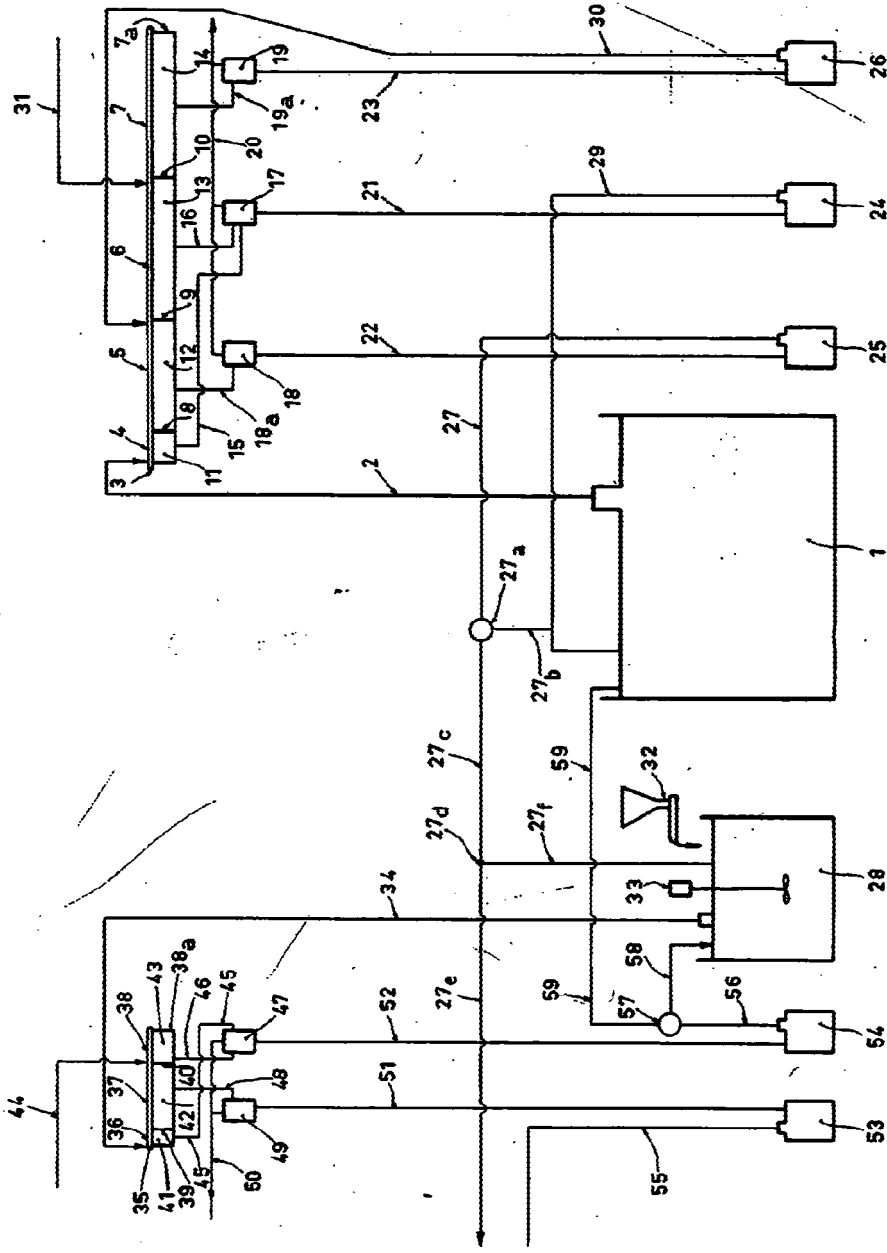
Madrid. 28 JUN. 1963

PRODUITS CHIMIQUES  
PECHINEY SAINT-COBAIN

UNION CHIMIQUE-  
CHEMISCHE BEDRIJVEN.



1000



28 JUN 1963

PRODUITS CHIMIQUES PECHINEY-SAINTE-GOBAIN Y  
UNION CHIMIQUE-CHEMISCHE BEDRIJVEN

Escala variable