

24.068

297662



# MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de una

PATENTE DE INVENCION

por VEINTE años en España, por " PROCEDIMIENTO

PARA LA PREPARACION DE ACIDO FOSFORICO SOMETIDO A

UN PROCEDIMIENTO DE HUMECTACION "

a favor de

ARMOUR AND COMPANY

domiciliado en 401 N. Wabash Ave., Chicago, Ill.,

EE.UU.

PRIORIDAD : de las solicitudes de patente estadounidenses núms. 265.200 y 265.201 del 14 de marzo de 1963, nº 295.426 del 16 de julio 1963, nº 295.647 del 17 de julio 1963, y nº 350.752 del 10 de marzo 1964.-

INVENTORES: Ernest Csendes, William R. Mustian jr. y Clinton Constant.-



Este invento se refiere a ácidos super y ultrafosfóricos de elevado análisis sometidos a un procedimiento de humectación y, más particularmente, a ácidos fosfóricos con un contenido de fósforo de por lo menos el 77 por ciento en peso (expresado como un equivalente de  $P_2 O_5$  sobre una base exenta de impurezas) y a ácidos ultrafosfóricos con contenidos más elevados de fósforo.

Aunque la industria de los fosfatos ha reconocido las ventajas que ofrece un contenido aumentado de  $P_2 O_5$  de un ácido fosfórico líquido sometido a un procedimiento de humectación, ha existido el temor de que cuando se concentra el ácido mediante el calentamiento más allá de las concentraciones previamente aceptadas, el producto llegaría a ser muy viscoso y llegaría a solidificarse a la temperatura normal y, también, que se produciría un ácido metafosfórico con su consiguiente efecto perjudicial de formar sales insolubles.

Hemos producido ácidos fosfóricos de elevado análisis sometidos a un procedimiento de humectación, con un contenido de sales del 1 al 15 por ciento y con nuevas y sorprendentes propiedades. Además, hemos encontrado que según prosigue la deshidratación del ácido sometido a un procedimiento de humectación más allá de las concentraciones previamente aceptadas, existe un punto en que la viscosidad del producto comienza a disminuir y continuando la deshidratación más allá de tal punto es posible obtener un producto líquido, aunque el mismo tiene un contenido muy elevado de  $P_2 O_5$ .

Los ácidos superfosfóricos sometidos a procedimiento de humectación pueden definirse como aquellos ácidos fosfóricos con un porcentaje en peso de aproximadamente 70 a aproximadamente 80, expresado como equivalente de  $P_2 O_5$  sobre una base exenta de impurezas, pero nuestro invento está principalmente relacionado con ácidos superfosfóricos de análisis más elevados con un porcentaje en peso de aproximadamente el 77 a aproximadamente el 83, sobre una base exenta de impurezas.



También hacemos referencia a los ácidos ultrafosfóricos con un porcentaje en peso de más de 83 y hasta aproximadamente 98 de  $P_2 O_5$  sobre una base exenta de impurezas.

5 Los ácidos ultrafosfóricos incluyen los ácidos ultrasulfofosfóricos, los ácidos ultranitrofosfóricos y los ácidos ultranitrosulfofosfóricos. Los ácidos ultrafosfóricos a los que se les ha añadido  $SO_3$  en cantidades suficientes para hacer que el  $SO_3$  penetre en la molécula del ácido ultrafosfórico se denominan como "ácidos ultrasulfofosfóricos". Los ácidos ultrafosfóricos a los que se han añadido pequeñas  
10 cantidades de nitrógeno para que los ácidos fosfóricos experimenten una deshidratación a fin de reducir la cantidad de citratos insolubles, se denominan como "ácidos ultranitrofosfóricos". Los ácidos ultrafosfóricos a los que se han añadido tanto  $SO_3$  como ácido nítrico antes de la deshidratación del ácido fosfórico, se describen como "ácidos ultranitro  
15 sulfofosfóricos".

Un objeto primordial del presente invento es facilitar nuevos productos con propiedades excepcionales y facilitar medios nuevos y -  
operaciones industriales para la preparación de tales productos. Otros  
objetos y ventajas concretas se haran patentes según avance la presen-  
20 te descripción.

El invento puede llevarse a la práctica en varios tipos de -  
aparatos y equipos y, a efectos de su ilustración, se describe en re-  
lación con el aparato que se muestra en el adjunto dibujo, en el que  
dicho aparato se muestra en un alzado lateral y parcialmente en sección.

25 En una realización de nuestro invento, se suministra ácido -  
fosfórico sometido a un procedimiento de humectación a un evaporador,  
para facilitar un depósito en el mismo y el depósito de ácido se man-  
tiene a una temperatura deseada mediante calentamiento por gas, dirigiéndose los productos gaseosos de la combustión al interior del depósi-  
30 to y manteniéndose a un nivel sustancialmente constante el volumen de



tal gas de combustión. La temperatura del depósito de ácido se mantiene a una temperatura elegida, más o menos a unos pocos grados dentro de una gama de aproximadamente 450° a 750° F. La temperatura del depósito de ácido se mantiene preferiblemente mediante la regulación de la alimentación de ácido nuevo al depósito. Mediante un sistema por el que los ácidos son retenidos en el evaporador durante un tiempo relativamente corto, hallamos que podemos producir un ácido ultrafosfórico uniforme que contiene de un 77 a un 98 porcentaje de fósforo en peso, y aún más elevado, expresado como un equivalente de  $P_2 O_5$  - sobre una base exenta de impurezas y conteniendo poca o ninguna cantidad del indeseable ácido metafosfórico.

El material ácido de partida que es alimentado al depósito puede ser cualquier ácido fosfórico sometido a un procedimiento de humectación. Podemos utilizar el ácido fosfórico corriente comercial sometido a un procedimiento de humectación. Tal ácido puede tener un contenido de sales metálicas de un 1 a un 15 por ciento. La fluctuación corriente de tales impurezas metálicas está comprendida entre el 5 y el 10 por ciento. Para suministrar calor al procedimiento podemos proporcionar una corriente de gases calientes resultantes de la combustión de aire y combustible, tal como el propano u otros combustibles gaseosos o líquidos. Estos gases pueden diluirse con aire a una temperatura del orden de los 1.500° a 1.900° F. El volumen de dichos gases es entregado a una razón constante con independencia de las contrapresiones creadas en el evaporador, y tal volumen constante es suministrado eficazmente mediante una combinación de instrumentos o dispositivos que se describen más adelante.

Con referencia al dibujo, el ácido fosfórico, que puede ser de un porcentaje de fósforo en peso de la gama de 27 a 64 calculado como un equivalente de  $P_2 O_5$ , es bombeado desde el depósito de alimentación (10) a través de la tubería (10a) al evaporador (11), formando



un depósito en la parte tronco-cónica del evaporador (11). Si se -  
hubiese añadido  $SO_3$  o ácido nítrico al ácido fosfórico de alimenta-  
ción, éste puede agregarse en cualquier punto adecuado, pero preferi-  
blemente se agrega en 10b.

5 Los gases calientes de la combustión son dirigidos a través -  
del tubo de inmersión (12) a la parte más baja de la cámara de reac-  
ción, en donde son descargados desde la abertura sesgada inferior del  
tubo de inmersión. Los gases descargados desde el tubo de inmersión  
continúan hacia el fondo y una pared inclinada de la parte tronco-  
10 cónica. Aquí, la corriente de gases calientes que se mueve rápida-  
mente hace contacto con los ácidos líquidos en el depósito del fondo  
del evaporador y mientras se encuentra en íntima mezcla con los ácidos  
los conduce hacia arriba en estado de turbulencia al interior de la -  
cámara de reacción. Los gases cargados de humedad que se desprenden  
15 del ácido en el espacio comprendido sobre el fondo del evaporador, son  
retirados mediante el conducto (13) hacia el separador (14). Las go-  
titas arrastradas de ácido separadas en el separador (14) son devuel-  
tas al depósito (21) y los gases continúan hacia el lavador por fle-  
tación (15) donde se eliminan los productos contaminantes condensables  
20 y solubles en el agua.

La temperatura de los ácidos líquidos dentro de la cámara de  
reacción se mantiene a un valor sustancialmente constante mediante -  
un circuito de control, la caña de pirómetro (16) comunica con el -  
transmisor neumático (17) a través de un conducto (16a) y el transmi-  
25 sor o multiplicador de presión (17) comunica de forma similar a través  
del conducto (17a) con el registrador-regulador (18) que está preajus-  
tado a la temperatura deseada y que a través de un conducto (18a) ope-  
ra neumáticamente a la válvula de control (19) de diafragma en la -  
línea de alimentación del ácido (10a). En funcionamiento, la caña -  
30 cargada (16) percibe la temperatura del ácido y la registra por medio



5 del transmisor (17) con el registrador-regulador (18) que está preajustado a la temperatura deseada, constituyendo la señal desde la caña al transmisor mediante la presión a través del conducto (16a) cargado de gas. El registrador-regulador en operación ajusta la válvula de control de diafragma (19) para aumentar o disminuir la cantidad de alimentación según se requiera para mantener el ajuste o temperatura predeterminada. El efecto de éste sistema es disminuir la razón de alimentación cuando disminuye el contenido de agua del ácido.

10 El producto ácido deshidratado es retirado del evaporador (11) a través de la línea de rebose (20) del líquido, que está refrigerada mediante una chaqueta (20a) de agua, pasando al depósito receptor (21) que está provisto de una chaqueta de refrigeración (21a). Desde el depósito (21) al producto pasa mediante la bomba (22) al depósito del producto (23).

15 Un gas combustible, tal como el propano, pasa desde el depósito de combustible (24) a través del conducto (25) al quemador (26) donde es mezclado con aire (preferiblemente con un exceso de aire) procedente del soplante (27). La combustión tiene lugar dentro de la cámara (28) y los gases de la combustión son entregados a través del tubo de inmersión (12) como anteriormente se describió. La tubería de rebose (20) está situada en un punto del evaporador que generalmente está en línea con la parte superior del depósito de líquido y opuesta a la pared inclinada hacia la que se dirigen los gases calientes.

25 Se mantiene una razón sustancialmente constante de entrada de gas combustible, con independencia de las fluctuaciones en la contrapresión, mediante la siguiente combinación de elementos de control. - Un medidor de la presión diferencial (29) tiene un diafragma (29a). Los conductos de presión (29b y 29c) conducen a una aberturas derivadas que comunican con el interior del conducto (25) en los lados opuestos -  
30 de un elemento de circulación (30) equipado con un disco o placa (30a)



5 proporcionando un orificio de circulación de bordes afilados. Los conductos (29b y 29c) están conectados a través del diafragma (29a) del medidor de la presión diferencial (29) que mide el flujo que llega a través del elemento de circulación (30). El gas fluye a través del elemento (30) y su presión es reducida mediante el regulador compensado (31), por ejemplo, a aproximadamente 30" de la columna de agua. La presión diferencial que resulta es transmitida por el elemento (29) al registrador-regulador (32) a través del tubo neumático (32a). El regulador (32) está provisto de un elemento de control preajustado a una presión elegida y por ello responde a los cambios en el flujo del gas combustible a través del elemento de circulación (30). Por ejemplo, si existe una contrapresión aumentada en el tubo de inmersión del evaporador tal aumento es percibido por el conducto 23b a un lado de la placa (30a) del orificio y tal aumento de presión es transmitido al regulador (32) a través del transmisor (29), cuya presión al ser superior a la que está ajustado el regulador (32) hace que el registrador mueva la válvula de control de diafragma (33) hacia la posición de abierta. Similarmente, con un descenso en la contrapresión, el registrador-regulador (32) mueve la válvula controlada por diafragma (33) una distancia proporcional hacia la posición de cerrada.

10

15

20

25 Para facilitar la rápida retirada de los ácidos deshidratados de la zona de reacción, la razón de la entrada de los ácidos de alimentación debe estar en relación con el volumen de los ácidos en el interior de la zona de reacción, de forma que los ácidos pasarán a través de la cámara de reacción en un determinado mínimo de tiempo. Encontramos importante utilizar una relación de alimentación de ácidos en volumen por minuto que por lo menos sea 1/2 del volumen del líquido del interior de la cámara de reacción (desde luego, el volumen en cada caso debe contarse en las mismas unidades). Para facilitar una gama,

30

28762



recomendamos que la relación entre volumen por minuto de alimentación y volumen en el interior de la cámara de reacción sea de 1/2 a 1/12. De lo anterior se observará que con una razón de alimentación proyectada de 4 galones por minuto de ácido fosfórico sometido a un procedimiento de humectación, la cámara de reacción debiera estar diseñada para contener de 8 a 48 galones de ácidos, lo que proporcionaría un tiempo medio de retención de los ácidos en la cámara de reacción de 2 a 12 minutos.

A modo de ejemplo, el volumen del evaporador que se muestra en el dibujo es de 10 galones según lo proporciona la parte inferior tronco-cónica en que el cono es de 10 pulgadas de altura con un diámetro de 23 pulgadas en la parte alta del cono y con la tubería (20) extractora del líquido a 10 pulgadas sobre el fondo del evaporador.

La temperatura alcanzada por los ácidos líquidos mediante el contacto con los productos gaseosos en caliente de la combustión, preferiblemente debiera ser el punto de ebullición del ácido de la composición deseada de los productos que tenga el punto más bajo de ebullición. Por ejemplo, para la producción de ácidos superfosfóricos, preferimos emplear una temperatura dentro de la gama de los 450° a los 550° F. Si han de formarse ácidos ultrafosfóricos, preferimos emplear una temperatura dentro de la gama de los 550° a los 750° F. A modo de ejemplo, si se desea producir una composición con una concentración de un 77,8 por ciento como equivalente de  $P_2O_5$  sobre una base exenta de impurezas y partiendo de un ácido comercial sometido a un procedimiento de humectación que contenga aproximadamente un 9 por ciento de sales metálicas, el ácido de alimentación debe llegar a una temperatura de 500°F que es el punto de ebullición de tal composición. Cuando se añade  $SO_3$  al ácido fosfórico que experimenta una deshidratación, las gamas de temperaturas son algo más bajas.

En el diseño que se ilustra en el dibujo, la superficie media de la sección transversal del depósito (226,9 pulgadas cuadradas) guarda



da una relación de 8 a 1 con la superficie de la sección transversal del tubo de inmersión (28,3 pulgadas cuadradas). Recomendamos que la superficie media de la sección transversal del depósito debe guardar una relación de por lo menos 5,5 a 1 con la superficie transversal del tubo de inmersión. Jugamos que si se mantienen relaciones dentro de la gama antes especificada, los tipos de velocidad de los gases de la combustión son lo suficientemente altos para la necesaria transferencia calorífica.

Aunque los ácidos superfosfóricos o ultrafosfóricos sometidos a un procedimiento de humectación se han descrito en términos de un equivalente de  $P_2 O_5$  sobre una base exenta de impurezas, deberá entenderse que en la práctica real de la industria los productos se definen sobre una base de análisis o a base del peso total de la composición. En la práctica industrial actual, los productos son analizados a base de una muestra del 100 por cien, empleando un procedimiento standard en el que se produce fosfomolibdeno amónico partiendo de la muestra de fósforo y de una determinación volumétrica de los valores fosfatados de  $P_2 O_5$  formados mediante valoración. Tal procedimiento standard produce un ácido fosfórico que es de un valor numérico inferior al correspondiente valor calculado de  $P_2 O_5$  del producto como "sobre una base exenta de impurezas". Como ejemplo, suponiendo que mediante el método del análisis el ácido ultrafosfórico tenga un valor de 77 por ciento en peso de  $P_2 O_5$  y que contenga un 8 por ciento de impurezas, incluyendo  $SO_3$  y óxidos metálicos, la conversión se efectúa mediante la sustracción del 8 por ciento de 100 y colocando un decimal delante de la cifra resultante que es 92. Después se divide 77 por 0,92, dando una cifra de 83,7 por ciento en peso de equivalente de  $P_2 O_5$  sobre una base exenta de impurezas. En general, la información aquí establecida como ejemplo, lo será en términos del método corriente de análisis en la planta (análisis como porcentaje



de  $P_2 O_5$  del total), pero para mejor claridad, se fijarán las cifras que describen el producto en términos del equivalente calculado de  $P_2 O_5$  sobre una base exenta de impurezas y se designarán específicamente como cifras que muestren el equivalente de  $P_2 O_5$  sobre una base exenta de impurezas.

5

10

15

20

25

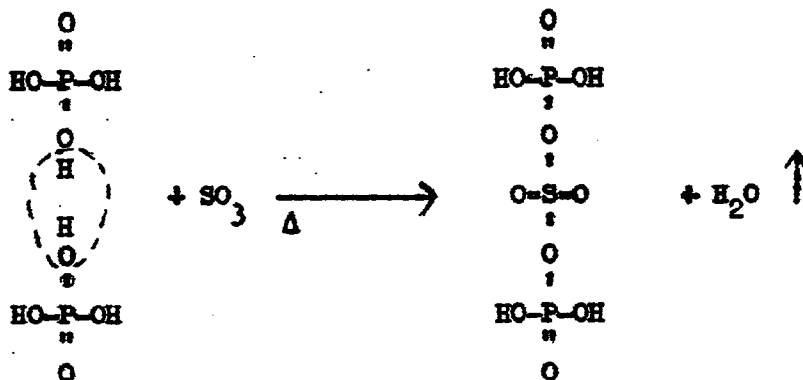
En la preparación del ácido persulfatado y del ácido ultrasulfatado preferimos añadir al ácido fosfórico alimentado, antes de la deshidratación, suficiente  $SO_3$  que al ser sumado al ya existente en el material de alimentación llevará el total a un 6 e un 7 por ciento y, preferiblemente, dentro de la gama del 7 al 9 por ciento. La adición del  $SO_3$  se efectúa añadiendo al producto  $H_2SO_4$ , encontrándose que las temperaturas pueden reducirse sustancialmente con motivo de la adición del  $SO_3$ . El producto de alto equivalente de  $P_2 O_5$  de un 83 a un 100 por cien en peso sobre una base exenta de impurezas, puede obtenerse utilizando temperaturas tan bajas como de 450 a 650°F. En su forma más sencilla, la reacción consiste en la introducción de una molecula-gramo de  $SO_3$  en disposición lineal entre dos moleculas-gramo de ácido ortofosfórico, produciendo la inherente pérdida de una molecula-gramo de agua de los respectivos lados hidroxílicos activos de las moléculas del ácido ortofosfórico. El producto final contiene una fracción que muestra el enlace químico característico en que los átomos de azufre están ligados a los átomos de fósforo mediante átomos intermedios de oxígeno. En el producto final el  $SO_3$  está presente en la cantidad del 1 al 20 por ciento en peso pero, preferiblemente, en la cantidad de 0,8 a 3,5 por ciento en peso. Existe una reducción en la fracción insoluble de citrato.

La anterior reacción se muestra en una forma estructural por la ecuación siguiente:

30



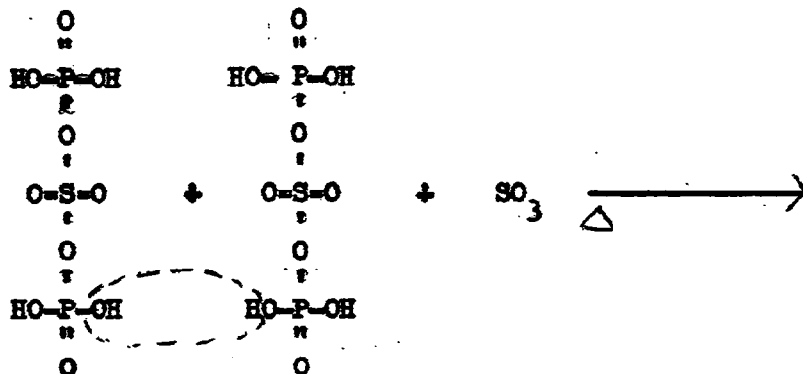
5



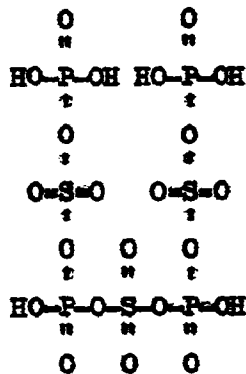
10

También pueden verificarse grados más elevados de polimerización mediante la ulterior sustitución del  $\text{SO}_3$  entre las nuevas moléculas constituidas de la siguiente forma:

15



20



25

Puede continuarse una nueva polimerización por deshidratación, constituyéndose de forma similar nuevas moléculas polimerizadas. Según se estableció anteriormente en relación con una muestra representativa de nuestro producto del ácido sulfofosfórico, encontramos que la longitud media de la cadena contenida en el mismo fué de aproximadamente - 3,5 átomos de fósforo.

30

En la preparación de los ácidos super o ultrafosfóricos, pre-



ferimos añadir de aproximadamente un 0,9 a un 3,0 por ciento de  $\text{HNO}_3$  (que equivale a un 0,2 a un 0,7 por ciento de N) con anterioridad a la deshidratación del producto y el ácido nítrico es eficaz al eliminar la materia orgánica del producto en tanto que también reduce grandemente los citratos insolubles del producto. Cuando se añaden tanto el ácido nítrico como el  $\text{HNO}_3$  a los ácidos fosfóricos sometidos a un procedimiento de humectación y que pasan por una deshidratación, comprobamos que pueden emplearse bajas temperaturas de la gama de los 400° a los 650° F. y que el ácido final es de un color verde claro, sustancialmente exento de materias orgánicas y con un escaso porcentaje de citratos insolubles.

En la presente memoria descriptiva deberán tenerse en cuenta las siguientes equivalencias: 1 pulgada = 2,54 cm.; 1 libra = 453 g.; 1 pulgada<sup>2</sup> = 6,45 cm<sup>2</sup>.; 1 galón = 3,785 litros; (\* F-32) x 5/9 = °C.

Pueden establecerse los siguientes ejemplos ilustrativos concretos de nuestro procedimiento:

#### Ejemplo I

Se entregó al evaporador, tal como se muestra en el dibujo, ácido fosfórico sometido a un procedimiento de humectación, con un contenido de 54,2 de  $\text{P}_2\text{O}_5$ , un contenido de 1,07 de flúor, un contenido de 3,87 de  $\text{SO}_3$ , un contenido de 2,20 de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , un contenido de 2,84 de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  y un 2,87% de sólidos insolubles en el agua. Los gases calientes producidos en la cámara de combustión (utilizando propano y aire) se admitieron en el evaporador a la temperatura de 1.750°F. El depósito de ácido se mantuvo a 500°F. con 2° F. en más o en menos. El ácido alimentado se admitió a razón de 1,3 galones por minuto. El tiempo medio de retención en el evaporador a dicha razón de alimentación fue aproximadamente de 9 minutos. La razón de extracción del producto fue aproximadamente de 0,9 galones por minuto y la temperatura del gas de escape del evaporador fue de 530° F. El producto ácido se



recogió en el depósito para el producto mantenido a una temperatura de aproximadamente 450°F. El producto ácido dió el siguiente análisis:

	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	77,8	(a base exenta de impurezas)
	Orto P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	39,2%	(base total de P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , 70,3%)
5	% total de no-orto P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	44,3	
	F	0,4	
	SO	3,6	
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,65	
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,76	
10	Sólidos insolubles en agua	2,12	
	Peso específico	2,07	

El sistema de control para mantener la temperatura dentro de unos pocos grados de la temperatura seleccionada, fué el siguiente:

El gas propano se admitió a través de un conducto a aproximadamente 30 libras por pulgada cuadrada de medidor. La combinación de los elementos de control fué tal como se muestra en el dibujo. El gas circulado a través del orificio de placa (30a) se redujo en presión a 30" de columna de agua, mediante el regulador equilibrado (31). Las derivaciones para la presión alrededor de la placa de flujo (30a) se conectaron a través del diafragma (29a) del medidor de la presión diferencial (29) (Foxboro Type 15A d/p Cell Transmitter) a fin de medir el flujo entrante a través del elemento 30. El resultado de la presión diferencial fué comunicado a través de la tubería neumática (32a) al registrador-regulador (32) que fué un regulador de paletas libres, de operación proporcional neumática, de la serie "500", boletín A1420 de instrumentos Bristol Company. Se ajustó el control del registrador-regulador para responder a los cambios de flujo del gas-propano a través del elemento de circulación (30). Según varía el flujo del gas, por cambiar la contrapresión en el evaporador, se transmite una señal neumática desde el regulador (32) a la válvula de control de diafragma (33), la que se abre en respuesta a un aumento en



287550

la contrapresión y se cierra con un descenso en la contrapresión. Este control proporcionó un volumen sustancialmente constante de gas combustible durante toda la operación. Por medio del soplane (23) se suministró aire en exceso de la cantidad precisa para la combustión. La combustión se efectuó en la cámara (28) y los productos gaseosos de la combustión se descargaron a través del tubo (12) al interior del depósito del ácido, bajo la superficie de tal depósito.

La temperatura de los gases de combustión descargados en el depósito del ácido fué aproximadamente de 1.750°F. Con una entrada constante de calor, fué necesario controlar la entrada del ácido de alimentación para mantener una temperatura constante en el depósito del ácido o la composición de su consecuente producto. Una caña de pirómetro (16) en el depósito del ácido transmitió el resultado térmico mediante la presión a través de un conducto cargado de gas sobre el transmisor neumático (17) que transmitió el resultado al registrador-regulador (18). El transmisor de presión fué un modelo 339R, de la Taylor Instrument Company y el registrador transmisor fué un regulador Pulscope de la Taylor Instrument Company, ajustándose el último instrumento para una predeterminada temperatura del depósito del ácido y operándose la válvula de control de diafragma (19) para disminuir la razón de alimentación cuando el ácido de alimentación tenía un alto contenido de agua y para aumentar la razón de la alimentación proporcionalmente según disminuía el contenido de agua del ácido. Se mantuvo una temperatura uniforme en el depósito, con 2° F. en más o en menos.

Ejemplo II

El procedimiento se realizó como se ha descrito en el Ejemplo I, siendo las siguientes las condiciones y el análisis obtenidos:

Depósito del ácido	525°
Gas de escape del evaporador	550°
Análisis químico del $P_2O_5$	55,1
F	0,74
$SO_3$	3,36



Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,79
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,20
Sólidos insolubles en el agua	1,86

Análisis del producto ácido

5	Total de P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , a base exenta de impurezas	77,5 (base total de P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , 71,1)
	Orto P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	37,5
	% del total de no-orto P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	47,3
	F	0,48
	SO <sub>3</sub>	3,28
10	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,88
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,63
	Sólidos insolubles en agua	2,04
	Peso específico	2,55

Ejemplo III

15 El procedimiento se realizó como se ha descrito en el Ejemplo I, obteniéndose las siguientes condiciones y análisis:

	Depósito del ácido	525g
	Gas de escape del evaporador	550g
	Análisis químico del P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	54,6
	F	0,81
	SO <sub>3</sub>	3,26
20	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,79
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,58
	Sólidos insolubles en agua	2,03

Análisis del producto ácido

25	Total P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , a base exenta de impurezas.	78,2 (base total P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , 71,6)
	Orto P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	35,1
	% del total no-orto P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	51,1
	F	0,32
	SO <sub>3</sub>	2,95
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,79
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,58
	Sólidos insolubles en agua	2,32
	Peso específico	2,03

Ejemplo IV

30 El procedimiento se realizó como se ha descrito en el Ejemplo I, obteniéndose las siguientes condiciones y análisis:



5

Depósito del ácido	530g
Gas de escape del evaporador	550g
Análisis químico del $P_2O_5$	56 -
F	0,78
SO <sub>3</sub>	3,20
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,47
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,40
Sólidos insolubles en agua	1,57

**Análisis del producto ácido**

10

Total $P_2O_5$ , base exenta impurezas	77,5 (base total $P_2O_5$ , 72,2)
Orto $P_2O_5$	36,9
% total no-orto $P_2O_5$	48,9
F	0,21
SO <sub>3</sub>	2,56
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,52
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,68
S <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	
Sólidos insolubles en agua	2,53
Peso específico	2,01

**Ejemplo V**

15

El procedimiento se realizó como se ha descrito en el Ejemplo I, obteniéndose las siguientes condiciones y análisis:

20

Depósito del ácido	530g
Gas de escape del evaporador	550g
Análisis químico del $P_2O_5$	55,6-
F	0,77
SO <sub>3</sub>	3,42
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,54
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,28
Sólidos insolubles en agua	2,45

25

<b>Análisis del producto ácido</b>	
Total $P_2O_5$ , base exenta impurezas	78,2 (total $P_2O_5$ base 71,8)
Orto $P_2O_5$	36,6
% del total no-orto $P_2O_5$	49
F	0,28
SO <sub>3</sub>	2,88
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,82
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,90
Sólidos insolubles en agua	2,87
Peso específico	2,01

**Ejemplo VI**

30

El procedimiento se realizó como se ha descrito en el Ejemplo I, obteniéndose las siguientes condiciones y análisis:



	Depósito del ácido	530°
	Gas de escape del evaporador	540°
	Análisis químico del P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	55,6
	F	0,80
	SO <sub>3</sub>	2,93
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,50
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,37
5	Sólidos insolubles en agua	3,20

	Análisis del producto ácido	
	Total P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , base exenta impurezas	78% (total P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> base 72%)
	Orto P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	36,21
	% del total no-orto P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	49,7
	F	0,32
	SO <sub>3</sub>	2,88
10	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,78
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,78
	Sólidos insolubles en agua	2,23
	Peso específico	2,03

Ejemplo VII

15 El procedimiento se realizó como se ha descrito en el Ejemplo I, obteniéndose las siguientes condiciones y análisis:

	Temperatura del depósito de ácido	530°
	Gas de escape del evaporador	550°
	Análisis P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> del ácido de alimentación	-
	F	55,7
	SO <sub>3</sub>	0,87
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,03
20	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,49
	Sólidos insolubles en agua	2,15
		0,97

	Análisis del producto ácido	
	Total P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , base exenta de impurezas	78,3 (total P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> base 72,2)
	Orto P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	36,2
	% del total no-orto P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	49,8
	F	0,33
25	SO <sub>3</sub>	2,81
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,94
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,68
	Sólidos insolubles en agua	1,43
	Peso específico	2,03

Ejemplo VIII

30 El procedimiento se realizó como se ha descrito en el Ejemplo



- I, obteniendose las siguientes condiciones y análisis:

	Temperatura del depósito de ácido	5300
	Gas de escape del evaporador	5500
	Análisis P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> ácido alimentación	55,3
	F	0,75
	SO <sub>3</sub>	3,07
5	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,37
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,16
	Sólidos insolubles en agua	1,39
	Análisis del producto ácido	
	Total P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , base exenta impurezas	77,5 (total P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> base 72,1)
	Orto P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	37,6
10	% del total no-orto P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	47,9
	F	0,30
	SO <sub>3</sub>	2,73
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,68
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,58
	Sólidos insolubles en agua	1,51
	Peso específico	2,03

Ejemplo IX

15 El procedimiento se realizó como se ha descrito en el Ejemplo

I, obteniendose las siguientes condiciones y análisis:

	Temperatura del depósito de ácido	5200
	Gas de escape del evaporador	6000
	Análisis P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> ácido alimentación	53,9
	F	1,02
	SO <sub>3</sub>	2,78
20	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,76
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,50
	Sólidos insolubles en agua	1,75
	Análisis del producto ácido	
	Total P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , base exenta impurezas	76,6 (total P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> base 71,9)
	Orto P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	40,36
	% del total no-orto P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	43,4
	F	0,66
25	SO <sub>3</sub>	2,72
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,76
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,94
	Sólidos insolubles en agua	4,79
	Peso específico	2,03

Ejemplo X

30 El procedimiento se realizó como se ha descrito en el Ejemplo I,



obteniendose las siguientes condiciones y análisis:

Temperatura del depósito de ácido	520°
Gas de escape del evaporador	675°
Análisis P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> ácido alimentación	55,3
F	0,79
SO <sub>3</sub>	2,33
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,52
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,13
Sólidos insolubles en agua	4,26

**Análisis del producto ácido**

Total P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , base exenta impurezas	77,0 (total P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> base 72)
Orto P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	37,52
% del total no-orto P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	47,9
F	0,35
SO <sub>3</sub>	2,30
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,51
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,54
Sólidos insolubles en agua	4,16
Peso específico	2,03

Ejemplo XI

La alimentación del ácido fosfórico sometido a un procedimiento de humectación fué entregada al evaporador tal como se muestra en el dibujo. Dicha alimentación tenía la siguiente composición:

P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	54,6%
F	1,0
SO <sub>3</sub>	3,0
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,5
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,0
Sólidos	2,4

Los gases calientes producidos en la cámara de combustión (utilizando propano y aire) fueron admitidos en el evaporador a la temperatura de 1.750° F. y dirigidos bajo la superficie del ácido. El depósito del ácido se mantuvo a una temperatura de 690° F. con 2° F en más o en menos. El ácido de alimentación de la composición arriba indicada, se admitió a una razón de 1,3 galones por minuto. El tiempo medio de retención en el evaporador a la citada razón de alimentación fué -



aproximadamente de 9 minutos. La razón de extracción del producto  
fué de 0,9 galones por minuto. La temperatura del producto de salida  
fué aproximadamente de 640°F y se recogió en el depósito receptor del  
producto, manteniéndose la temperatura del mismo en 450°F. Los gases  
cargados de humedad que se desprendieron en el espacio sobre el depó-  
sito del ácido estuvieron a 765°F aproximadamente y fueron retirados  
a través de un conducto hasta un separador ciclónico. Alrededor de  
un 1% del ácido producido se recuperó en el ciclón y fué devuelto al  
depósito receptor del producto. Después de retirar las gotitas de á-  
cido arrastradas, los gases continuaron hasta un lavador de flotación  
en que se eliminaron las materias contaminantes condensables o solu-  
bles en el agua. Los gases efluentes expelidos desde la chimenea del  
lavador de flotación carecieron de contenido de flúor ni de SO<sub>2</sub> y  
contuvieron aproximadamente dos libras de SO<sub>3</sub> por día. El procto tuvo  
la siguiente composición:

	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	88,0%
	F	0,2
	SO <sub>3</sub>	2,0
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,8
20	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,9
	CaO	0,3
	MgO	2,0

La conversión del orto-fosfato en poli y ultra-fosfatos fué  
del 72%. El producto tuvo una insolubilidad en citratos del 8,0% y  
una insolubilidad en agua del 8,0%. El producto tuvo un color rojo -  
castaño, un peso específico (g/cc) de 2,12 y una viscosidad de 13.000  
centipoises a 80°F.

Los medios de control para mantener la temperatura dentro de  
unos pocos grados de la temperatura seleccionada fueron como los des-  
critos en el Ejemplo I.



Ejemplo XII

Se realizaron, tal como se describió en el Ejemplo I, una serie de operaciones de prueba designados como A, B, C, y D en el cuadro I, que produjeron los resultados que se indican en el referido cuadro.

5 Las razones de alimentación se expresan en galones por minuto.

CUADRO I

	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>
% de $P_2O_5$	84,0	83,0	85,0	85,0
% de F	0,2	0,2	0,1	0,1
10 % de $SO_3$	2,0	4,0	4,0	3,0
% de $Al_2O_3$	1,0	1,1	1,2	1,2
% de $Fe_2O_3$	1,5	1,4	1,7	1,5
% de CaO	0,1	0,1	0,1	0,1
% de MgO	2,0	1,1	2,4	2,0
15 % de insolubilidad en agua	5,0	3,7	9,0	12,0
Peso específico	2,12	2,1	2,2	2,2
Gas de combustión (°F)	1,750	1.750	1.750	1.750
Temperatura depósito de ácido (°F)	670	660	670	680
Volúmen depósito de ácido (galones)	10	10	10	10
20 Razón de alimentación de ácido (g.p.m.)	1,7	1,6	1,1	1,0
Tiempo de retención (minutos)	5,8	6,2	9,0	10,0
Razón del producto (g.p.m.)	1,1	1,1	0,7	0,7
Temperatura del depósito receptor (°F)	450	450	450	450
Temperatura del gas de salida (°F)	730	730	730	750
25 % de conversión a ultrafosfórico	77,0	77,0	81,0	94,0

Ejemplo XIII

30 Al ácido fosfórico sometido a un procedimiento de humectación con un contenido del 3,5 por ciento de  $SO_3$  se añadió ácido sulfúrico (90 al 93 por ciento), para proporcionar un 3,5 por ciento adicional de  $SO_3$  en la alimentación del ácido. El ácido de alimentación, con un 7 por



ciento aproximadamente de  $\text{SO}_3$ , se entregó a un evaporador de 10 galones, como se muestra en el dibujo, teniendo la alimentación la composición siguiente:

$\text{P}_2\text{O}_5$	-	54,6%
F	-	1,0%
$\text{SO}_3$	-	7,0%
$\text{Al}_2\text{O}_3$	-	1,5%
$\text{Fe}_2\text{O}_3$	-	2,0%
Sólidos	-	2,4%

Los gases calientes producidos en la cámara de combustión (utilizando propano y aire) se admitieron en el evaporador a la temperatura de  $1.750^\circ\text{F}$ . y se dirigieron bajo la superficie del ácido. El depósito del ácido se mantuvo a una temperatura de  $600^\circ\text{F}$ . con  $2^\circ\text{F}$ . en más o en menos. El ácido de alimentación de la anterior composición fue admitido a una razón de 1,5 galones por minuto. El tiempo medio de retención fue de 10 minutos. La razón de extracción del producto fue aproximadamente de 1,0 galón por minuto. Los gases cargados de humedad que se desprendieron en el espacio sobre el depósito del ácido estaban a aproximadamente  $675^\circ\text{F}$ . y fueron retirados a través de un conducto hasta un separador ciclónico. Aproximadamente el uno por ciento del ácido producido se recuperó en el separador ciclónico y se devolvió al depósito receptor del producto. Después de la separación de las gotitas arrastradas de ácido continuaron los gases hasta un lavador por flotación en el que se eliminaron todas las materias contaminantes condensables y solubles en el agua. Los gases de salida expelidos por la chimenea del lavador carecieron de contenido de flúor y  $\text{SO}_2$  y disponían de aproximadamente 2 libras por día de  $\text{SO}_3$ . El producto tuvo la siguiente composición:

5

10

15

20

25

30



	Total de P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	100,0%
	Orto	9,0%
	SO <sub>3</sub>	9,0%
	F	0,1%
5	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,2%
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,3%
	CaO	0,1%
	MgO	0,7%
	Sólidos	1,4%
10	Peso específico	2,18

Según se indicó antes, la conversión del orto en ácido ultrasulfo-fosfórico fué del 91 por ciento. El producto tenía una viscosidad de 13.000 centipoises a 80°F.

Los medios de control para mantener la temperatura dentro de unos pocos grados de la temperatura elegida, fueron como los descritos en el Ejemplo I.

Ejemplo XIV

Se realizaron una serie de operaciones de prueba designadas como A,B,C,D,E,F y G en el Cuadro II, tal como se describió en el Ejemplo I, a base de un producto de alimentación como se describió en el mismo, siendo como sigue la composición de la alimentación:

	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	54,6%
	F	1,0%
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,5%
25	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,0%
	Sólidos	2,4%
	SO <sub>3</sub>	3,5%

Se añadió un exceso de SO<sub>3</sub> para llegar al total de SO<sub>3</sub> en las operaciones de prueba que se indican en los contenidos totales que se muestran en el Cuadro II. Las condiciones de la operación y los resultados definitivos son los que se indican en el Cuadro II.

5

10

15

20

25

30



CUADRO II

	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>	<u>E</u>	<u>F</u>	<u>G</u>
% de P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	86,0	92,0	93,0	92,0	89,0	85,0	87,0
% de SO <sub>3</sub> en alimentación	5,1	9,5	11,3	9,2	9,0	9,0	6,0
5 % de F	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
% de Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,7	1,8	1,7	1,8	1,7	1,5	1,8
% de Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,5	1,7	1,7	1,7	1,7	1,7	1,5
% de CaO	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
% de MgO	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7
10 % de sólidos	9,7	10,6	11,5	10,5	9,0	2,9	5,4
Peso específico	2,18	2,20	2,20	2,20	2,18	2,12	2,20
Gas de combustión (°F)	1.760	1.700	1.800	1.800	1.900	1.800	1.850
Temperatura del depósito del ácido (°F)	660	640	620	600	570	540	610
15 Volúmen del depósito del ácido (Galones)	10	10	10	10	10	10	10
Razón de la alimentación del ácido (g.p.m.)	1,4	1,3	1,5	1,5	1,5	1,5	1,7
Tiempo de retención (min.)	7,1	7,6	6,7	6,7	6,7	6,7	5,9
Razón del producto (g.p.m.)	0,8	0,7	0,8	0,8	0,8	0,9	0,7
20 Depósito receptor (°F)	450	450	450	450	450	450	450
Temperatura del gas de salida (°F)	710	700	680	670	650	600	680
Orto en el producto final	18,3	15,8	17,9	16,2	20,7	-	21,0
Conversión a poli (no-orto)	77	82	80	81	75	-	75
25 SO <sub>3</sub> en el producto final	1,4	1,0	1,3	1,0	1,8	3,1	1,1

Ejemplo XV

Al ácido fosfórico sometido a procedimiento de humectación - con un 3,5% de SO<sub>3</sub> se le añadió ácido nítrico para proporcionar 0,6N a la alimentación de ácido. Los ácidos combinados se entregaron al - evaporador según se muestra en el dibujo, disponiendo la alimentación de la composición siguiente:

30



5  
10  
15  
20

$P_2O_5$	54,5%
F	1,0%
$SO_3$	3,5%
$Al_2O_3$	1,5%
$Fe_2O_3$	1,5%
CaO	0,07%
MgO	1,0%

Los gases calientes producidos en la cámara de combustión (utilizando propano y aire, se admitieron en el evaporador a la temperatura de 1.750°F. y se dirigieron bajo la superficie del ácido. El depósito de ácido se mantuvo a una temperatura de 670°F.  $\pm$  2°F. El ácido de alimentación de la composición indicada se admitió a una razón de 1,7 galones por minuto. Los gases desprendidos, después de la retirada de las gotitas arrastradas de ácido, continuaron al lavador donde entraron en contacto con hidróxido amónico para la eliminación de los componentes de nitrógeno, condensables, y de las materias contaminantes. Los gases de salida fueron expelidos desde la chimenea del lavador por flotación con un contenido sustancialmente nulo de flúor y  $SO_3$  y con la mayoría del  $NO_2$ . El producto tuvo la siguiente composición:

25  
30

Total de $P_2O_5$	84%
Orto	13,4%
Flúor	0,2%
$Al_2O_3$	1,2%
$Fe_2O_3$	1,5%
CaO	0,07%
MgO	2,5%
Color	"Beige"

En el producto final existió aproximadamente un 0,5 de  $SO_3$  y una pequeñísima cantidad (0,02%) de nitrógeno. El producto contenía



un 5,7% de sólidos, un 5,1% de citratos insolubles y el peso específico fué de 2,06.

La conversión del ácido orto al polifosfórico fué del 83%. El tiempo medio de retención del producto en el depósito de ácido fué de 6 minutos.

Los medios de control para mantener la temperatura dentro de unos pocos grados de la temperatura elegida, fueron como los descritos en el Ejemplo I.

Ejemplo XVI

Se realizaron una serie de operaciones designadas A, B, C, D, E, F y G en el Cuadro III a base de una alimentación sustancialmente igual a la del Ejemplo XV y bajo las condiciones descritas en el Ejemplo XV, salvo lo que se indica en el Cuadro III. Las razones de alimentación están indicadas en galones por minuto. La alimentación contenía aproximadamente un 5% de SO<sub>3</sub> en todas las operaciones excepto en la operación D, en la que se añadió SO<sub>3</sub> para que el contenido llegase al 9,5 por ciento en peso (para producir ácido ultranitrosulfoposfórico). El Cuadro indica el porcentaje de N en la alimentación y el resto de la información afecta al producto obtenido.

CUADRO III

	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>	<u>E</u>	<u>F</u>	<u>G</u>
% de P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> del producto	82,0	81,0	80,0	92,0	79,0	81,0	80,0
% de N en la alimentación	0,2	0,5	0,7	0,7	0,7	0,3	0,5
% de F en el producto	0,1	0,1	0,1	0,1	0,3	0,2	0,2
% de Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> en el producto	1,7	1,7	1,5	1,8	1,7	1,8	1,5
% de Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> en el producto	1,7	1,8	1,8	1,5	1,7	1,7	1,8
% de CaO en el producto	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
% de MgO en el producto	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6
Sólidos en el producto	8,5	6,6	7,5	9,5	6,5	2,8	3,7
Peso específico	2,20	2,20	2,15	2,18	2,10	2,13	2,15



	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>	<u>E</u>	<u>F</u>	<u>G</u>
Gas de combustión (°F)	1850	1850	1975	2000	1860	1890	1830
Temperatura depósito ácido (°F)	610	610	610	580	530	670	680
Volúmen depósito ácido (Galones)	10	10	10	10	10	13	13
5 Razón de alimentación del ácido (Galones por minuto)	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	1,7	1,5
Tiempo de retención (minutos)	5	5	5	5	5	7,7	8,7
Razón del producto (Galones por minuto)	1,1	1,1	1,1	1,1	1,3	1,0	0,9
10 Depósito receptor del producto (°F)	450	450	450	450	450	450	450
Temperatura del gas de salida (°F)	680	680	680	650	600	740	750
% de conversión a ácido polifosfórico	82	81	75	81	74	76	80
15 % de orto en el producto	14,3	14,2	19,0	16,4	19,1	18,3	15,1
% de SO <sub>3</sub> en el producto	0,82	0,9	1,3	3,3	1,9	1,0	1,5

Ejemplo XVII

Se preparó de la forma siguiente ácido supersulfatado con un contenido de SO<sub>3</sub> mayor que el 6% de la alimentación. En un deshidratador con un volumen de 10 galones se introdujo una alimentación con un contenido equivalente de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> del 59,51% y un 2,09 de insolubles. Se añadió H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> suficiente para llevar el contenido total de SO<sub>3</sub> al 6,63%. La razón de la alimentación fue de 2,2 galones por minuto y el tiempo de retención de 6,8 minutos. La temperatura del gas a la entrada del evaporador era de 1925°F. y la temperatura del depósito de ácido se mantuvo a 2° en mas o en menos de los 610°F. El producto final tuvo un contenido equivalente de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> de 74,13 sobre una base de análisis total, un contenido de SO<sub>3</sub> de 3,11%, un contenido insoluble en agua del 1,61% y un contenido de citratos insolubles del 1,25%.

Ejemplo XVIII



Se efectuó una operación similar a la descrita en el Ejemplo XVII con una alimentación sometida a procedimiento de humectación, con un contenido equivalente de  $P_2O_5$  del 5,166%. Se añadió  $H_2SO_4$  suficiente para llevar el contenido de  $SO_3$  a la cifra de 6,66%. La razón de la alimentación fué de 1,7 galones por minuto, el volumen del depósito del ácido fué de 10 galones y el tiempo medio de retención de 5,88 minutos. La temperatura del horno fué de 2.000°F. y la temperatura a la entrada del evaporador de 1.800°F. La temperatura del depósito de ácido se mantuvo en 500°F. El producto tuvo un contenido equivalente de  $P_2O_5$  del 71,06 sobre una base de análisis total. El porcentaje de flúor fué del 0,55. El porcentaje del  $SO_3$  fué del 9,47. Los insolubles en agua fueron un 2,01% y el peso específico fué de 2,02.

Según el ácido fosfórico sometido a un procedimiento de humectación se encuentra por encima del 78 por ciento en peso, sobre una base exenta de impurezas, aumenta la viscosidad hasta un determinado punto y después se presenta sorprendente caída en la viscosidad para en el análisis final el ácido ultrafosfórico permanece líquido. Por ejemplo, con un ácido que contiene aproximadamente del 3 al 6 por ciento de impurezas metálicas, la caída llega a ser sustancial en un 83 por ciento aproximadamente en peso. Según aumenta el contenido de impureza metálica la caída se verifica en un porcentaje en peso más elevado. Por ejemplo, cuando el contenido metálico es tan elevado como el 15 por ciento, la caída comienza a ser sustancial en aproximadamente el 94 por ciento en peso expresado como  $P_2O_5$  sobre una base exenta de impurezas. Para el ácido fosfórico usual sometido a un procedimiento de humectación, que contiene del 1 a 10 por ciento de impurezas metálicas, encontramos que la caída sustancial en la viscosidad se presenta cuando la concentración está en la gama del 83 al 88 por ciento en peso expresado como  $P_2O_5$  sobre una base exenta de impurezas. Así, contrariamente a lo esperado de que se obtendría una viscosidad sumamente elevada e -



inmanejable en valores muy altos de análisis, encontramos que a tales elevados valores se dispone de un producto líquido.

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

- REIVINDICACIONES -

5  
10  
1. Procedimiento para la preparación de ácido fosfórico sometido a un procedimiento de humectación y con un contenido elevado de  $P_2O_5$ , que comprende calentar ácidos fosfóricos sometidos a un procedimiento de humectación a temperaturas de deshidratación, eliminar el vapor de agua producido y continuar el calentamiento hasta que el contenido de fósforo del producto ácido exceda del 77% en peso expresado como equivalente de  $P_2O_5$  sobre una base exenta de impurezas.

15  
2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el cual el contenido de fósforo del producto ácido se eleva hasta por lo menos 83% en peso expresado como equivalente de  $P_2O_5$  sobre una base exenta de impurezas.

20  
3. Procedimiento según la reivindicación 1, en el cual el ácido fosfórico se calienta a una temperatura mínima de 450° a 630° F. (232° - 332° C.).

25  
4. Procedimiento según la reivindicación 1, en el cual el ácido sometido a un procedimiento de humectación que contiene del 1 al 15% de impurezas metálicas, se calienta por contacto directo con los gases calientes.

5. Procedimiento según la reivindicación 1, en el cual se añade ácido sulfúrico al ácido fosfórico antes de la deshidratación de este último.

6. Procedimiento según la reivindicación 1, en el cual se añade ácido nítrico al ácido fosfórico antes de la deshidratación de este último.

30  
7. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de



recaer la Patente de Invención que se solicita: " PROCEDIMIENTO PARA  
LA PREPARACION DE ACIDO FOSFORICO SOMETIDO A UN PROCEDIMIENTO DE HU-  
MECTACION ".

5            Todo tal y conforme queda descrito y reivindicado en la pre-  
sente memoria que consta de treinta páginas mecanografiadas y dibujos  
que se acompañan.

Madrid, 14 de Marzo de 1.964

ALFONSO UNGRIA

P.P.

10           

15

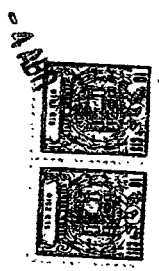
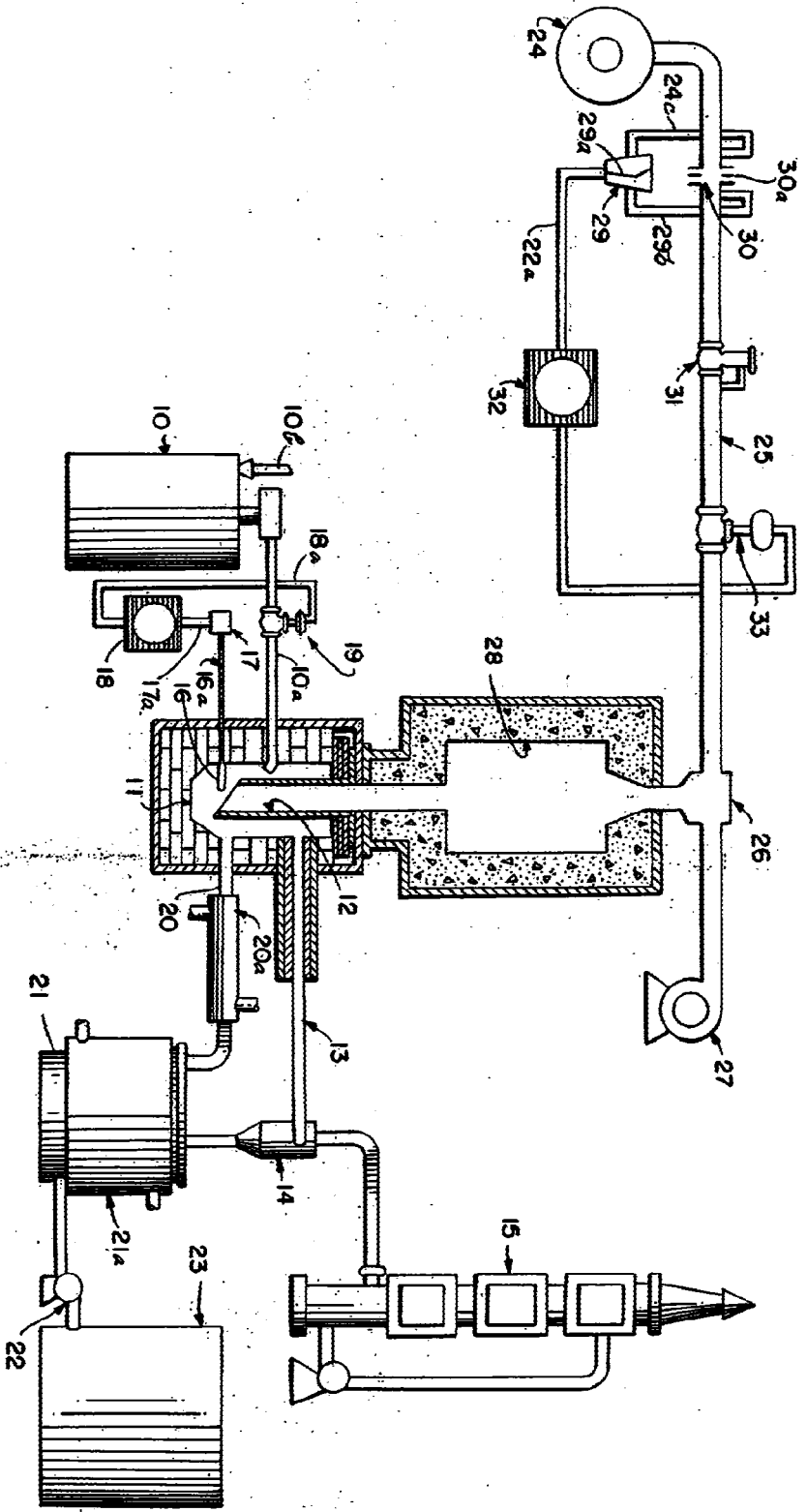
20

25

30

297662

297662



ESCALA VARIABLE  
 Madrid, 14 Marzo 1964  
 ALFONSO URGÜEA

P.D.