

308899

15 JUN 1965



15 JUN

P. 28.548

U.S. 343.649

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

de

P A T E N T E            D E            I N V E N C I O N  
formulada el 3 de febrero de 1965, con el núm. 308.899

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

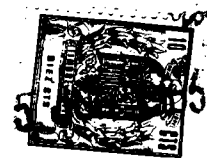
a nombre de ROBERT A. MACDONALD, de nacionalidad norteamericana, residente en 27 Pilgrim Drive, Port Chester, Nueva York, Estados Unidos de América, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR FOSFATOS DE AMONIO"

-----

La presente invención se refiere a procedimientos para preparar fosfatos amónicos puros. En particular, se refiere a procedimientos para preparar fosfatos amónicos puros que son compuestos intermedios adecuados para producir diversos fosfatos y polifosfatos útiles en la industria. Se refiere especialmente a un procedimiento para producir fosfatos amónicos de elevada pureza, así como productos secundarios que son útiles como abonos.

Un método usual para preparar fosfatos amónicos consiste en neutralizar ácido fosfórico crudo, tal como ácido

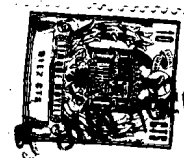


fosfórico de procedimiento húmedo, con amoniaco; separar de la solución, por cristalización, las sales insolubles de los iones no convenientes; eliminar tales productos solidificados; y cristalizar posteriormente un fosfato amónico que está  
5 relativamente exento de impurezas tales como hierro y aluminio. Sin embargo, aunque los iones que constituyen impurezas tales como el hierro y aluminio son relativamente fáciles de eliminar, ya que forman fácilmente compuestos de fosfato insolubles al tratar el ácido con amoniaco hasta valores del pH de  
10 3 o más, hay otros iones, tales como fluoruros y sulfatos, que permanecen en solución y tienden a precipitar con los fosfatos amónicos, al concentrar el líquido. Estos iones contaminan los fosfatos amónicos en tal grado que su uso como compuestos intermedios para hacer compuestos puros de fosfato,  
15 para usos industriales que no sean de abonos, ha estado muy limitado. El problema se ha superado usando ácido fosfórico de horno eléctrico, pero éste es mucho más caro que el ácido fosfórico de procedimiento húmedo.

Se ha descubierto una técnica, que constituye la substancia de la presente invención, para producir  
20 fosfatos amónicos relativamente puros, para su uso como abonos y como compuestos intermedios para compuestos industriales de fosfato. También se produce un producto secundario sólido, que contiene fosfato, nitrógeno, calcio y sulfatos, el cual es valioso como abono.  
25

En pocas palabras, una versión preferida de la presente invención comprende hacer reaccionar ácido fosfórico de procedimiento húmedo, preferiblemente junto con aguas madres devueltas al ciclo desde una etapa previa del procedimiento,  
30 con una fuente de suministro de ión calcio, tal como carbonato

3 0 8 8 9 9



cálcico o, preferiblemente, mineral de fosfato finamente dividido.

La proporción entre los constituyentes se ajusta para provocar la formación de compuestos de fluoruro cálcico y sulfato cálcico, al tiempo que se hace mínima la formación de compuestos de calcio y fósforo. Si se desea, el tratamiento del ácido con el material cálcico se puede efectuar sin adición de las aguas madres de la etapa de cristalización.

La suspensión de reacción se lleva después a una etapa de tratamiento con amoníaco, que se regula cuidadosamente en temperatura y pH, para provocar la formación de compuestos de fósforo de hierro y aluminio, en forma de partículas relativamente grandes, que sedimentan rápidamente. Esta mezcla de reacción se separa después en dos componentes: (1) un líquido clarificado; y (2) una fase sólida con aguas madres adheridas. Esta separación se puede realizar: (1) por sedimentación y decantación; (2) por filtración; (3) por una combinación de (1) y (2); (4) por centrifugación; o (5) por cualquier otro método corrientemente usado para separar una suspensión sólido/líquido inestable. Después se dá forma de abono al componente de fase sólida, mediante un tratamiento adecuado, mientras que el líquido clarificado se lleva a una etapa de evaporación-cristalización. Si se desea, el residuo sólido del tratamiento del ácido con el material cálcico se puede separar del líquido antes de llevar el mismo a la etapa de tratamiento con amoníaco.

La etapa de evaporación-cristalización se usa para eliminar agua y, al hacer ésto, provoca la formación de cristales de fosfato amónico. Esto se puede realizar en unidades de etapas múltiples, de forma que se permita el movi-

308899

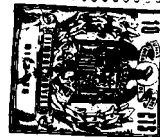


miento de los cristales y aguas madres en contracorriente, de tal manera que los cristales producidos se separarán del cristalizador de alimentación, donde las impurezas tienen su concentración más baja. La concentración de impurezas solubles se controla hasta un punto próximo a los límites de fase: (solubilidad) de la fase sólida de las sales  $F^-$  y  $SO_4^{=}$ , tales como  $(NH_4)F$  y  $(NH_4)_2SO_4$ , en cuyo punto el líquido se separa y devuelve a la primera operación, que comprende hacer reaccionar una fuente de suministro de calcio con ácido de procedimiento húmedo.

Se pueden hacer modificaciones en el procedimiento, para permitir el manejo de sales cálcicas suspendidas en el líquido alimentado a los cristalizadores. El calcio que entra en la alimentación tendrá tendencia a formar fosfato dicálcico en fase sólida. Cuando sucede esto, se pueden hacer mínima la contaminación de los cristales provocando la formación de partículas de sal dicálcica de pequeño tamaño. Tales cristales serán siempre diminutos en comparación con los cristales de fosfato amónico, y se pueden separar fácilmente por elutriación, antes de la separación entre el producto y el líquido.

Se ha descubierto que el procedimiento básico, tal como se ha descrito anteriormente, se puede mejorar muy sustancialmente mediante recirculación de las aguas madres que quedan después de la cristalización de los fosfatos amónicos, y después de centrifugar. Las aguas madres de la centrifuga se pueden recircular al cristalizador o, si se desea, recircular al reactor de acidulación. La masa principal de aguas madres, procedente del cristalizador, se puede recircular también al reactor de acidulación. Estas aguas madres contienen

308899

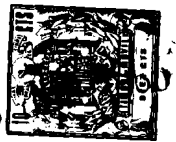


algo de fosfatos amónicos sin cristalizar, que de esta forma se vuelven a introducir en el procedimiento global. Las aguas madres contienen también iones calcio que, cuando se recirculan al procedimiento, están disponibles para que correspondan a ciertas cantidades de iones sulfato. Es de la mayor importancia que no se sobrepase en el evaporador la solubilidad del  $(\text{NH}_4)\text{F}$  y  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ , si se ha de obtener la pureza óptima.

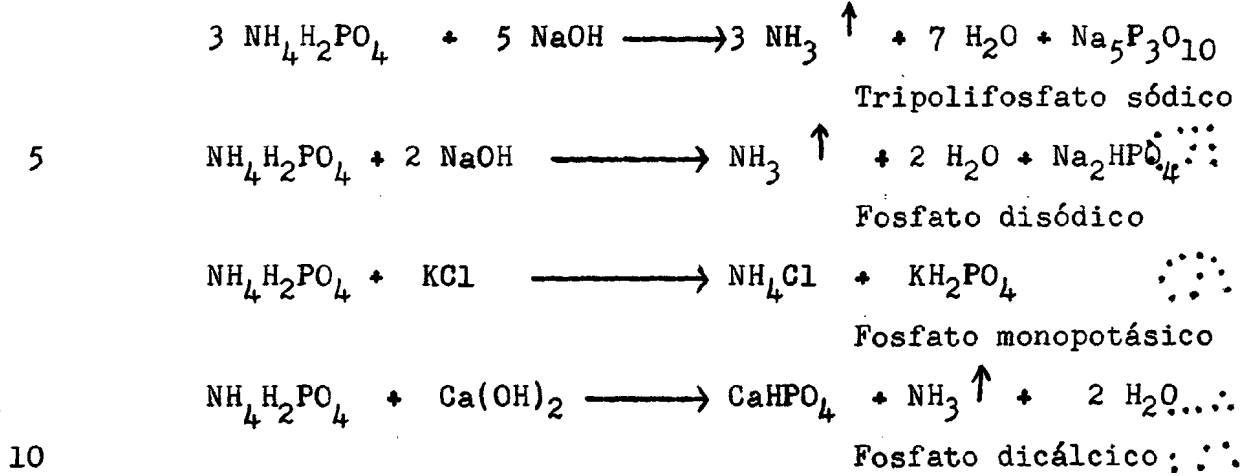
El uso de recirculación, como se ha descrito anteriormente, es una forma de funcionamiento preferida, y generalmente producirá el producto más puro de la forma más económica. Sin embargo, se ha de entender que el procedimiento principal, tal como se ha descrito sin recirculación, se puede usar también para producir un producto de fosfato amónico relativamente puro, que es bastante satisfactorio para muchos usos.

La presente invención se destina particularmente para ser usada con ácidos fosfóricos de procedimiento húmedo, puesto que es el ácido fosfórico menos caro, y corrientemente no se consideraría adecuado para un procedimiento de esta naturaleza, debido a las muchas impurezas que contiene. Así, una de las ventajas significativas de la presente invención es que se puede usar ácido fosfórico muy impuro para producir con éxito fosfatos amónicos puros, así como un producto secundario útil como abono.

Aunque los fosfatos amónicos puros producidos por el procedimiento de la presente invención se pueden usar como abonos por sí mismos, corrientemente tendrán tal pureza que puede ser preferible usarlos como compuestos intermedios para producir fosfatos comerciales.



Como ejemplo del uso del fosfato amónico puro, se presentan las siguientes reacciones:



Por estas reacciones puede verse que se pueden producir fácilmente tripolifosfato sódico, fosfato disódico, fosfato monopotásico y fosfato dicálcico muy puros.

15

Estos materiales tienen un mercado considerable, como puede verse en la siguiente Tabla I.

TABLA I  
CONSUMO DE COMPUESTOS DE FOSFORO EN LOS EE.UU. EN 1958

<u>Material</u>	<u>Toneladas de equivalente de fósforo elemental</u>
20	Fosfato dicálcico 45.000
	Fosfato trisódico 9.200
	Tripolifosfato sódico 112.000
	Pirofosfato tetrasódico 16.000
	Fosfato monocálcico 7.500
25	Total fosfatos minerales no fertilizantes 267.000

En general, la tabla siguiente representa los intervalos de funcionamiento preferidos, particularmente preferidos, y especialmente preferidos.

# 3 0 8 8 9 9



## Condiciones de funcionamiento

	<u>preferidas</u>	<u>especialmente preferidas</u>	<u>muy preferidas</u>	
<u>Temperatura, °C.</u>				
5	Reacción de ácido fosfórico con fuente de suministro de Ca	48,9-104,4	48,9-87,8	48,9-71,1
	Tratamiento con amoníaco	82,2-126,7	98,9-110,0	101,7-104,4
	Cristalización de fosfato amónico	48,9-126,7	87,8-110,0	93,3-98,9
10	Centrifugación de fosfato amónico	48,9-126,7	48,9-98,9	48,9-87,8
	Recirculación de aguas madres	48,9-126,7	48,9-98,9	48,9-87,8
<u>Presiones</u>				
15	Para todo el procedimiento menos la cristalización, atm.	1	1	1
	Cristalización de fosfato amónico, atm.	0,001-1,0	0,001-1,0	0,001-1,0
20	<u>pH de</u>			
	Reacción de ácido fosfórico con fuente de suministro de Ca	0-2	0-2	0-2
	Tratamiento con amoníaco	3-8	4-7	4 ó 7
25	Precipitación del producto secundario fertilizante	1-5	2-4	2-4
	Cristalización de fosfato amónico	3-8	4-7	4-7
	Centrifugación de fosfato de NH <sub>3</sub>	3-8	4-7	4-7
30	Recirculación de aguas madres	3-8	4-7	4-7



Condiciones de funcionamiento

preferidas    especialmente preferidas    muy preferidas

Relaciones molares de reaccionantes iónicos

5	Ca <sup>++</sup> /F <sup>-</sup>	0,50-5,0	0,5-1,0	0,5-0,6
	Ca <sup>++</sup> /SO <sub>4</sub> <sup>=</sup>	1,0 -10,0	1,0-5,0	1,0-5,0
	NH <sub>3</sub> /H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	0,01-2,0	0,5-2,0	1,0
	Ca <sup>++</sup> /PO <sub>4</sub> <sup>=</sup>	0,01-0,5		

Otras variables del procedimiento

10	Velocidad de adición de Ca, en moles/mol de P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,3-0,6	0,4-0,5	0,4-0,5
15	Velocidad de filtración de producto secundario fertilizante, litros de suspensión por hora y metro cuadrado	4070-40700	16280-24420	20350-22385
	Recirculación de aguas madres (AM), vol de AM/vol de H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	0 a 1,0	0,4-0,6	0,4-0,5

20 La presente invención se ilustra más mediante la siguiente descripción del procedimiento, tomada en relación con los dibujos adjuntos. Se introduce ácido fosfórico crudo (de procedimiento húmedo) y mineral de fosfato en el depósito de mezclado, junto con una corriente de aguas madres de recirculación, procedentes del cristalizador. Los sólidos

25 formados en esta etapa dentro del depósito de mezclado se pueden separar, o también pueden permanecer con el líquido, para su clarificación después de la reacción de tratamiento con amoniaco.

30 El material de suspensión líquida procedente del depósito de mezclado se transfiere al depósito de amoniaco,

308899



donde tiene lugar el tratamiento con amoniaco. Preferible-  
mente, esto se realiza de tal manera que se formen grandes  
cristales, lo que permite la sedimentación rápida de estos  
sólidos, para obtener un líquido limpio. En el transcurso  
5 de estas reacciones se reducirán sustancialmente las concen-  
traciones de sulfato y de fluoruro presentes en el líquido,  
y se eliminarán esencialmente los iones de aluminio y hierro.

Después se lleva la mezcla de reacción a un  
depósito de espesamiento, donde se eliminan los insolubles  
10 formados, por clarificación, preferiblemente por filtración,  
o por ambas, para recuperar las aguas madres que se adhieren  
a los materiales sólidos.

Después se transportan las aguas madres al  
cristalizador. Durante la cristalización se forma fosfato  
15 amónico en fase sólida. Las impurezas, que en este punto son  
primordialmente sulfatos y fluoruros residuales, se concentran  
en las aguas madres. La evaporación y cristalización se con-  
tinúan hasta un punto justamente próximo al límite de solu-  
bilidad de aquella impureza iónica que es más probable que  
20 forme la segunda fase sólida (o nueva fase sólida), tal como  
 $\text{NH}_4\text{F}$  ó  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ . La evaporación del líquido en la etapa  
de cristalización se efectúa preferiblemente a una tempera-  
tura comprendida entre 48,9 y 126,7°C, y con una pérdida de  
humedad igual a de 2 a 8 moles de agua por mol de ión fos-  
25 fato por hora.

En esta parte del procedimiento se usará  
probablemente una serie de cristalizadores, para permitir  
el funcionamiento algo lejos de los límites de solubilidad  
de fase hasta la concentración final, aún cuando el diagrama,  
30 con objeto de simplificar, solo muestra un cristalizador.



Los cristales de fosfato amónico se pueden separar más de las aguas madres por centrifugación, lavado, nuevo batido de la pasta y nueva centrifugación.

5 Los cristales de fosfato amónico que se recuperan son de gran pureza, y solo contienen aguas madres como contaminante. Las aguas madres contaminantes se pueden eliminar por reacciones químicas, o por otra etapa de cristalización fraccionada.

10 Esta etapa concreta del procedimiento no es crítica, y se puede establecer de la forma que mejor se adapte a la disposición de la instalación, productos y especificaciones particulares. Por ejemplo, durante la cristalización inicial se pueden extraer cristales del líquido de la etapa final, y lavarlos con líquido de alimentación; después se puede volver a batir la pasta con líquido relativamente puro, para conseguir una pureza mejorada.

15 Las aguas madres de las etapas del cristalizador y de la centrifuga, que son más ricas en sulfatos y fluoruros que los cristales, se pueden recircular a la reacción de acidulación con el mineral de fosfato, o se pueden introducir en el reactor donde se forma el ácido fosfórico.

20 En cualquier caso, el contenido en ácido presente en las aguas madres se utiliza en la extracción de más mineral de fosfato.

25 Este tratamiento del fosfato amónico se puede modificar fácilmente para producir fosfato diamónico o monoamónico, según se desee, dependiendo de la economía o pureza del producto deseadas.

30 En la siguiente Tabla II se expone un balance de material de procedimiento para este procedimiento.



ESTADÍSTICA

TABLA II

BALANCE DE MATERIAL DE PROCEDIMIENTO

Etapa	NH <sub>3</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	SO <sub>3</sub>	F	CaO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	H <sub>2</sub> O	Total
<b>6</b>									
<b>65</b>									
<b>88</b>									
<b>88</b>									
<u>Depósito de mezclado</u>									
Alimentación de ácido									
Recirculación Mineral de fosfato	11,42	100,00	6,35	7,30	1,27	2,64	2,54	155,56	317,46
		32,87	4,50	3,01	,02	,05	,08	55,10	120,40
		12,05	,24	1,31	17,27	,50	,39	1,05	35,00
Total	11,42	144,92	11,09	11,62	18,56	3,19	3,01	211,71	472,86
Composición, %									
H <sub>2</sub> O añadida	2,41	30,64	2,34	2,46	3,92	,67	,64	44,76	74,00
Total	11,42	144,92	11,09	11,62	18,56	3,19	3,01	285,71	546,86
<u>Depósito de NH<sub>3</sub></u>									
NH <sub>3</sub> añadido									
Total	25,43	144,92	11,09	11,62	18,56	3,19	3,01	285,71	25,43
Flujo de sólido	36,85	6,78	3,97	10,46	18,19	3,10	2,89	41,36	572,29
Flujo de líquido Clarificador	36,85	138,14	7,12	1,16	0,37	0,09	,12	285,71	530,93
Flujo de salida Sólido	6,78	3,97	10,46	18,19	3,10	2,89			41,36

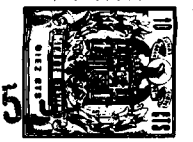


TABLA II (cont.)

Etapas	NH <sub>3</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	SO <sub>3</sub>	F	CaO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	H <sub>2</sub> O	Total
Líquido Total (alimentación de abono)	7,63	28,59	1,47	,24	,08	,02	,02	59,14	109,90
Composición del líquido, %	7,63	35,37	5,44	10,70	18,27	3,12	2,91	59,14	151,26
	6,94	26,01	1,34	,22	,07	,02	,02	53,81	

Crystallizador

Alimentación	29,22	109,55	5,65	,92	,29	0,07	0,10	226,57	421,03
Evaporado								177,58	177,58
Total suspensión	29,22	109,55	5,65	0,92	,29	0,07	0,10	48,99	243,45
Flujo de sólido	18,39	76,68							124,23
Composición, %	14,8	61,72						51,03	
Flujo de líquido	10,83	32,87	5,65	,92	,29	0,07	0,10	48,99	119,22
Composición, %	9,08	27,57	4,74	,77	,24	0,06	0,08	41,09	100,00



En esencia, la presente invención implica lo siguiente. Se cristalizan fosfatos amónicos a partir de soluciones que tienen baja cantidad de impurezas. En los procedimientos anteriormente conocidos, el ácido fosfórico alimentado, de procedimiento húmedo, contiene cantidades grandes de impurezas, que comprenden iones tales como hierro y aluminio, que forman compuestos insolubles, y los iones fluoruro y sulfato que permanecen en solución. Las sustancias insolubles se pueden eliminar por simple neutralización del ácido fosfórico. Pero cuando se ha hecho esto, los fluoruros y sulfatos permanecen como principales contaminantes, que forman fases sólidas a relaciones de concentración relativamente baja. Esto tiene un efecto doble: o se reduce el rendimiento en fosfato amónico, o se contamina el producto.

En segundo lugar, si se rechaza el líquido en los límites de fase de estos contaminantes, se ha de purificar o de usar como productos de valor inferior. El procedimiento de la presente invención muestra un método de añadir mineral de fosfato para disminuir las concentraciones de fluoruros y sulfatos, y de devolver estos líquidos. Así, se hace disponible mineral de fosfato crudo por los contaminantes (F y  $SO_4$ ), lo que entre otras cosas, es un significativo factor económico. El líquido de recirculación está ahora disponible para ser concentrado más, y no se necesita ser rechazado para uso como abono. En consecuencia, el líquido de alimentación cristalizado es relativamente puro.

La presente invención se ilustra más mediante los siguientes ejemplos.

#### Ejemplo 1

Se ensayó el procedimiento en pequeña escala,



usando aproximadamente los materiales de alimentación, cantidades y composiciones que se muestran en las páginas 11 y 12 de esta solicitud de Patente.

5 Se mezclaron ácido fosfórico de procedimiento hú-  
medo y aguas madres de recirculación con mineral de fosfato  
finamente dividido, a temperatura elevada. La suspensión se  
agitó durante un cierto tiempo, para permitir la reacción, y  
después se neutralizaron los ácidos con amoniaco, bajo con-  
10 diciones tales que se mantuvo un pH igual a 4. La temperatura  
de reacción fué próxima al punto de ebullición.

Después se filtró la suspensión neutralizada, y  
la torta se lavó, hasta que estuvo, visualmente, exenta de  
cristales. Después se concentró el líquido, formándose duran-  
te este tiempo cristales, en la medida que se indica por el  
15 balance de material de las páginas 11 y 12.

Después se filtró esta suspensión, y se analiza-  
ron químicamente la torta de filtración y las aguas madres.  
Las tablas siguientes relacionan estas composiciones.

20 Como resultado de este ejemplo, el análisis de  
las aguas madres fué como se muestra en la siguiente Tabla III.

TABLA III  
ANALISIS DEL LIQUIDO

<u>Material</u>	<u>%</u>
H <sub>2</sub> O	59,80
25 P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	22,30
NH <sub>3</sub>	6,35
Ca	0,03
SO <sub>4</sub>	3,14
F	0,16

30 El análisis del fosfato amónico que se obtuvo fué



el que se muestra en la siguiente Tabla IV.

TABLA IV

TORTA (FASE SOLIDA) DE FOSFATO AMONICO

	<u>Material</u>	<u>%</u>
5	H <sub>2</sub> O	-
	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	61,32
	NH <sub>3</sub>	14,44
	Ca	0,57
	SO <sub>4</sub>	0,25
10	F	0,03

Ejemplo 2

El método de este ejemplo fué como sigue:

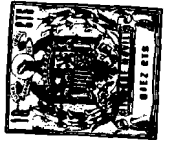
A 600 g. de ácido fosfórico de procedimiento húme-  
do, que tenía una concentración media de 2 a 3% de ión fluo-  
ruro, de 0,3 a 0,5% de ión hierro, y de 0,2 a 0,4% de ión  
aluminio, se añadieron 200 g. de agua y 60 g. de mineral de  
fosfato de Florida. Un análisis típico de mineral de fosfato  
es P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> = 32,6%; F = 3,8%; Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 1,4%; Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 1,8%;  
CaO = 47,3%; H<sub>2</sub>O e insolubles = 6,5%. Estos productos se  
agitaron a temperatura ambiente (25°C) durante 30 min.

A esta mezcla de minera ácido se añadió el hidró-  
xido amónico suficiente para hacer aumentar el pH hasta 4,0.  
Se filtró la suspensión, y se separaron tanto el precipita-  
do como el filtrado. El precipitado se secó y se analizó.

Los resultados se exponen en la siguiente tabla V.

TABLA V

	% Nitrógeno	7,13
	% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	34,24
	% Ca	17,4
30	% Fe	2,6
	% Al	1,6



Este material producto secundario se vendería como abono.

El filtrado se concentró por evaporación para formar una suspensión que se filtró para separar los cristales de fosfato monoamónico. Los cristales se lavaron con una pequeña cantidad de agua, para eliminar todas las trazas de aguas madres.

Después se volvieron a disolver en agua destilada los cristales de fosfato monoamónico. Este líquido se concentró luego por calentamiento, y se filtró para separar los cristales. Después se secaron y analizaron los cristales. El análisis de los cristales fué el expuesto en la siguiente Tabla VI.

TABLA VI

	% $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$	96,9
15	% Ca	2,05
	% Fe	0,42
	% Al	0,42
	% F	<u>0,21</u>
		100,00*

20 \* Con relación a una base seca.

Como puede verse por la anterior Tabla VI, se ha reducido drásticamente la concentración de iones Fe, Al y F presentes en el producto final.

Si se desea, se podría eliminar la etapa que implica la redisolución de los cristales en agua, pero se obtendría un cristal ligeramente menos puro. Además, las aguas madres se pueden recircular a la etapa de acidulación del procedimiento.

Aunque la invención anteriormente descrita se ha descrito con un cierto grado de particularización, se enten



derá que se pueden hacer en ella numerosas modificaciones y cambios, estando todavía dentro del ámbito de la presente invención, tal como se reivindica en las reivindicaciones siguientes.

5                   Esta solicitud que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América, el día 10 de febrero de 1964, bajo el núm. 343.649, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

10

- N O T A -

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

15

1.- Un procedimiento para preparar fosfatos de amonio que comprende las operaciones de (a) hacer reaccionar un material que comprende calcio con ácido fosfórico de proceso húmedo, (b) tratar con amoniaco la mezcla resultante para formar compuestos insolubles en la mezcla de reacción, (c) separar los compuestos insolubles de la mezcla de reacción (d) cristalizar fosfato de amonio desde la solución resultante cerca de la concentración de la solución, donde son precipitados conjuntamente iones apreciables sulfato y fluoruro con el fosfato de amonio.

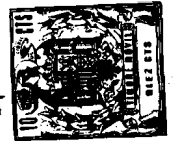
20

25

2.- Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que las aguas madres, después de que los fosfatos de amonio cristalizados han sido retirados, son recicladas de nuevo al material de reacción, que contiene calcio más ácido fosfórico.

30

3.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, en el que el sólido es separado de la mezcla de reacción



de calcio y ácido antes de que el líquido pase a la etapa de tratamiento con amoniaco.

5 4.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1-3, en el que se utilizan de 0,01 a 0,6 moles de ión calcio por mol de ion fosfato.

5.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1-4 en el que se utilizan desde 0,3 a 2 moles de ión amonio por mol de ión fosfato.

10 6.- Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que dicho material, que comprende calcio, es mineral de fosfato.

15 7.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1-6, en el que el tratamiento del ácido con el compuesto de calcio es realizado a una temperatura entre 49 y 104°C. y a un índice de pH entre 0 y 2.

8.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1-7, en el que es añadido amoniaco hasta que la solución tiene un índice de pH entre 3 y 8.

20 9.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1-8, en el que la cristalización de la solución de fosfato de amonio es realizada a una temperatura entre 49 y 127°C. con una velocidad de pérdida de humedad entre 2 y 8 moles de agua por mol de ión fosfato por hora.

25 10.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1-9, en el que las aguas madres procedentes de la etapa de cristalización son recicladas a la etapa inicial de tratamiento del ácido con el material de calcio a la velocidad de 0 a 1,0 volúmenes de aguas madres por volumen de ácido fosfórico.

30 11.- Un procedimiento para producir fosfatos

3 0 8 8 9 9



5 puros de amonio que comprende (a) hacer reaccionar mineral de fosfato con ácido fosfórico de proceso húmedo, en el que son utilizados desde 0,01 a 0,6 moles de calcio por mol de fosfato a una temperatura de 49 a 104°C para obtener un pH de 0 a 2, (b) 0,5 a 2 moles de amoniaco son hechos reaccionar con cada mol de ión fosfato de la mezcla de reacción resultante hasta que se alcanza un pH de 3 a 8, retirar los materiales insolubles formados, (c) cristalizar el líquido restante para formar fosfato de amonio a una temperatura de 49° a 127°C a una velocidad de pérdida de humedad de 2 a 8 moles de agua por mol de ión fosfato por hora y (d) reciclar las aguas madres residuales a una velocidad de 0 a 1,0 volúmenes de aguas madres por volumen de ácido fosforico en la reacción inicial.

15 12.- Un procedimiento para preparar fosfatos de amonio.

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

20 Esta Memoria consta de diecinueve hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

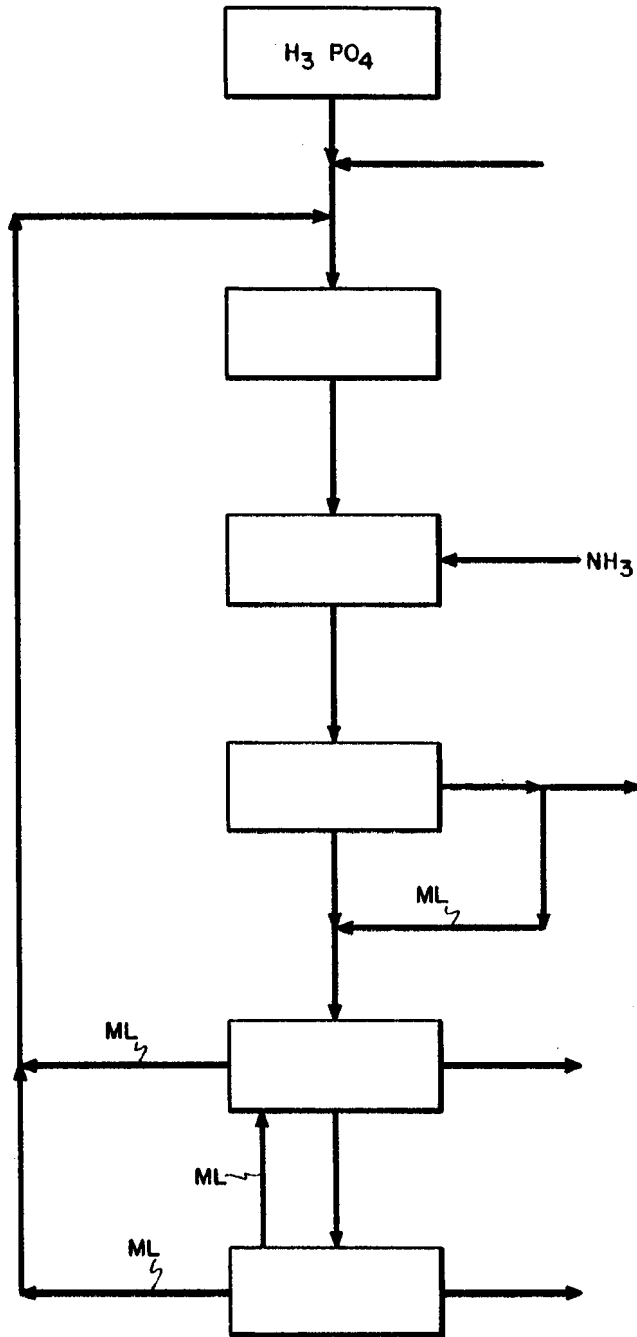
P.A.

5 JUN 1965

Alfonso de Elizalde  
Por

M. Olay

3 28 19



Robert A. MacDonald  
Port Porter