

310937

14 FEB



Nº 310.937

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: ARMOUR AND COMPANY

RESIDENCIA: 401 North Wabash Avenue, Chicago 11,
Illinois, EE. UU.

ENUNCIADO: "UN PROCEDIMIENTO PARA CONCENTRAR
ACIDOS FOSFORICOS QUE CONTIENEN IM
PUREZAS"

Prioridad: Patentes estadounidenses: 354.737 del 25.3.64.
354.669 todas ellas.
354.738
354.670

310937

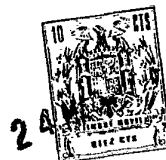


1 Esta invención se refiere a la concentración de ácidos
fosfóricos y separación concurrente de impurezas en los mis-
mos. La invención es particularmente útil en la concentración
de ácidos fosfóricos de proceso húmedo que contienen impure-
zas metálicas, etc.

5 Los ácidos fosfóricos de proceso húmedo contienen apro-
ximadamente de 1 a 15% de impurezas metálicas, y también otras
impurezas, y dichas impurezas han constituido por muchas déca-
das el problema principal cuando se opera con dicho ácido fos-
fórico. La presencia de impurezas en el producto hace que sea
inadecuado para utilizarse como fosfato de alta calidad y pa-
ra emplearse en detergentes, de manera que el producto no pue-
de competir con el ácido de horno en áreas tales y en otras -
áreas. Además, cuando el producto se concentra mediante la se-
paración de agua a un grado relativamente elevado, se forma -
ácido metafosfórico, y esta fracción ácida se combina con los
óxidos metálicos para formar sales que se asientan y forman
sólidos indeseables en el producto. Por lo tanto, en la prepa-
ración de ácidos fosfóricos, los investigadores en este campo
han sido advertidos de mantener temperaturas menores a las cua-
les no se forman fracciones de ácido metafosfórico, a fin de
evitar una deposición de sólidos.

15 Se ha descubierto que pueden prepararse ácidos fosfóri-
cos de alta pureza, que son útiles como fosfatos de calidad -
alimenticia, y como detergentes, y que pueden competir con éxi-
to con los ácidos de horno en estas y otras áreas, mientras
que al mismo tiempo se concentran las sales metálicas y otras
impurezas en una pequeña fracción que pueda recuperarse sepa-
radamente como un producto fertilizante útil. Además, se ha
descubierto que esto puede lograrse en la operación de concen-

31037



1 tración misma, de manera que no se requiere una operación se
parada para la recuperación del producto de alta pureza y la
recuperación del producto fertilizante residual. Se ha descu-
bierto además que las temperaturas elevadas ^{que} son deseables para
5 obtener productos de ácido fosfórico altamente concentrados,
pueden ser empleadas y que la formación de una fracción de áci-
do metafosfórico en la operación es realmente benéfica para
la separación de las impurezas en un procedimiento continuo.
En efecto, el nuevo procedimiento separa las impurezas duran-
10 te la operación de deshidratación, de manera que pueden ex-
traerse fracciones de ácido fosfórico más ligeras, que están
relativamente libres de las impurezas, mientras las impurezas
están siendo concentradas en una fracción de residuo pesada
que puede también extraerse como un producto separado.

15 Se ha descubierto que pueden descargarse gases de com-
bustión a altas velocidades sobre el ácido fosfórico, para pro-
ducir un arrastre de gotas de ácido en una trayectoria verti-
cal, elevándose las gotas libres de impurezas a una altura -
mayor que las gotas que contienen impurezas, de manera que pue-
20 de realizarse una separación del ácido fosfórico libre de im-
purezas. Además, se ha encontrado que dirigiendo una corriente
de gases de combustión calientes a una inclinación sobre el -
cuerpo del ácido fosfórico, puede obtenerse una separación -
más efectiva de la fracción de ácido fosfórico libre de impure-
25 zas. También, dirigiendo una corriente de gases de combustión
calientes en la cual se rocía el ácido fosfórico tangencial-
mente a un tambor de separación, las impurezas en la forma de
sales de metafosfato pueden recuperarse separadamente mientras
se recupera simultáneamente un producto de ácido purificado.

30 Por lo tanto, es un objeto de esta invención vencer



310937

las dificultades descritas anteriormente, y producir los nuevos resultados que se han establecido. Es un objeto adicional proveer un método y medios para concentrar ácidos fosfóricos de proceso húmedo, que contienen impurezas, mientras se recuperan separadamente ácidos fosfóricos que contienen una cantidad relativamente pequeña de las impurezas y una fracción residual pesada de ácido fosfórico que contiene el total de las impurezas. Es aún otro objeto proveer un aparato en el cual se recupera una fracción de ácido fosfórico en el espacio de vapor del deshidratador, de manera que la fracción puede recuperarse como un producto que está relativamente libre de impurezas. Es aún otro objeto proveer un método y medios para la deshidratación continua de ácidos fosfóricos que contienen impurezas, bajo condiciones que causan la reacción de los óxidos metálicos y otras impurezas, y forman fosfatos que producen un residuo pesado que puede ser recuperado separadamente. Otros objetos y ventajas específicas se harán aparentes a medida que prosiga la especificación.

La invención se muestra, en modalidades ilustrativas, por medio de los dibujos anexos, en donde:

La figura 1 es una vista lateral en elevación, y parcialmente en sección, de un aparato en el cual puede realizarse el procedimiento.

La figura 2 es una vista lateral en elevación, y parcialmente en sección, de una forma modificada de aparato en el cual puede practicarse la invención.

La figura 3 es una vista diagramática que tiene porciones seccionadas y que muestra en elevación lateral una modificación adicional en la cual puede realizarse la invención,



1 La figura 4 es una vista seccionada, parcialmente en
sección, tomándose la sección como se indica en la línea 2-2
de la figura 3.

5 En una modalidad de la presente invención, según se
ilustra en la figura 1, se suministra ácido fosfórico de pro-
ceso húmedo a un evaporador, a fin de proveer un baño en el
mismo, y se dirigen productos gaseosos de combustión sobre el
baño ácido para calentarlo a una temperatura de vaporización.
10 La temperatura del baño se mantiene preferiblemente contro-
lando la velocidad de alimentación de ácido nuevo en el baño.
La corriente de gas caliente empleada para calentar el baño
ácido tiene una velocidad que no solo calienta el baño, sino
que lleva gotas de ácido hacia arriba en el evaporador, y -
por arriba del baño se provee un recipiente o aro recolector
15 que recibe las gotas de ácido en un punto elevado con respec-
to al baño, y dicho ácido se recupera como un producto a -
través de un tubo de extracción. Cerca de la porción superior
del deshidratador, el gas de combustión y el vapor de agua,
y una porción arrastrada de ácido, pueden extraerse y la frac-
20 ción ácida recuperarse. El metal y otras impurezas reaccionan
con una fracción de ácido fosfórico y forman un residuo pesa-
do en el baño líquido, y son extraídos separadamente como un
producto.

25 Como una ilustración específica y haciendo referen-
cia más particularmente a la figura 1, se bombea ácido fosfó-
rico, preferiblemente de la escala de 27 a 64% en peso de -
fósforo, calculado como equivalente de P_2O_5 , a partir del -
tanque de alimentación 10 por medio de la bomba 10a, a través
del tubo 10b al evaporador 11, formando un baño en la porción
30 de tronco de cono del evaporador 11. Los gases calientes se

310937

- 6 -



24

dirigen a través del tubo de inmersión 12 a la porción inferior de la cámara de reacción. Si se desea, los gases pueden introducirse en el cuerpo del líquido para calentamiento sumergido, ó los gases calientes pueden descargarse a una velocidad superior para ponerse en contacto con los ácidos líquidos en el baño, en el fondo del evaporador, deprimiendo el nivel del líquido, según se indica mejor por el número 13. En cualquier caso, ya sea que el gas se descargue mientras el tubo 12 se extiende dentro del cuerpo del baño, o que el tubo 12 esté se parado del baño, los gases de alta velocidad lanzan gotas 13a de ácido hacia arriba, a través de la columna del deshidratador y hacia el tubo de extracción de gas 14 elevado.

Los gases cargados de humedad que se separan del ácido en el espacio situado por arriba del fondo del evaporador, se separan por el conducto 14 al separador 15. Las gotas de ácido arrastradas, separadas en el separador 15, se recuperan como un producto separado a través del tubo 15a. Los gases - continúan al barredor de cama flotante 17, en donde se separan los contaminantes condensables y solubles en agua,

La temperatura de los ácidos líquidos dentro de la cámara de reacción se mantiene en un valor sustancialmente constante por medio de un circuito de control. El bulbo 18 lleno comunica con el transmisor neumático 19 a través del conducto 19a, y el transmisor de presión 19 comunica similarmente a través del conducto 19b con un controlador registrador 20 que se fija a la temperatura deseada, y que opera neumáticamente a través del conducto 20a de la válvula de control de diafragma 21 en la línea de ácido de alimentación 10b. Durante la operación, el bulbo lleno 18 percibe la temperatura del ácido, y la registra por medio del transmisor 19 con el registrador-

316937

24 MAR



1 controlador 20 que se prefija a la temperatura deseada, la
señal del bulbo al transmisor realizándose por presión a tra-
vés del conducto 19a lleno con gas. El registrador-controlador
en operación ajusta en la válvula de control de diafragma 21,
5 a modo de incrementar o disminuir la cantidad de alimentación
según se requiera, para mantener el ácido a la temperatura -
predeterminada. El efecto de este sistema es disminuir la ve-
locidad de alimentación con el contenido creciente de agua -
en el ácido de alimentación, y aumentar la velocidad de ali-
10 mentación cuando el contenido de agua del ácido disminuye.

El material líquido de producto que contiene las im-
purezas puede extraerse a partir de la porción inferior del
evaporador 11 por medio de una bomba de engranes o de dia-
fragma 23, y se hace pasar a través del tubo 24 al mezclador
15 25, u otro equipo de procesado.

Se alimenta un gas combustible, tal como propano,
a través del conducto 26, bajo la presión deseada al quema-
dor 27, en donde se mezcla con aire (preferiblemente un exce-
so de aire) enviado por el soplador 28. La combustión se rea-
20 liza dentro de la cámara 29, y los gases de combustión son
entregados a través del tubo de inmersión 12, según se des-
cribió anteriormente.

En la práctica de la presente invención, dentro -
del espacio de vapor del deshidratador, por arriba del baño
25 y por arriba de la línea de alimentación 10b, se asegura un
recipiente o bandeja 30 para recoger gotas, 13a de ácido y
un tubo 31 que se extiende entre la bandeja 30 y el exterior
del deshidratador, provee medios para recuperar este produc-
to sustancialmente libre de impurezas, la bandeja puede ser
30 de cualquier forma o tamaño adecuados, se prefiere emplear

310937

24



una bandeja anular o receptáculo circular 30.

En la estructura mostrada, y a modo de ilustración, se prevee un volumen de 37,85 litros por medio de la porción inferior de tronco de cono del evaporador, en donde el cono tiene una altura de 25,4 cm., con un diámetro de 58,4 cm. en la parte superior del cono, y con el tubo de extracción de líquido 22 en un punto casi a nivel con el fondo plano del evaporador. El área media de sección transversal del baño - (1,465 cm²) tiene con el área de sección del tubo de inmersión 12 (182,5 cm²), la relación de aproximadamente 8 a 1. Se prefiere que el área de sección transversal media del baño - mantenga una relación con el área de sección transversal del tubo de inmersión, de por lo menos 5,5 a 1. Las velocidades de gas de aproximadamente 366 a 457 metros por minuto y a temperaturas de 816 a 1,038°C, son útiles para calentar el baño ácido y para hacer que las gotas de ácido se eleven con la corriente de gases de salida. Las gotas ascendentes, según se encuentra, contienen menos impurezas, y se encuentra que la bandeja anular elevada 30 recoge un producto relativamente libre de impurezas.

Hasta ahora, la práctica ha sido sumergir el extremo inferior del tubo de inmersión 12 dentro del cuerpo de ácido líquido, y se ha encontrado dificultad considerable debido a la tendencia a la formación de depósitos sobre el tubo de inmersión, dando como resultado una contrapresión que restringe el flujo de los gases de combustión al evaporador, se presentan condiciones en la operación, que tienden a disolver los depósitos, y como un resultado de la acumulación y disolución de depósitos, la contrapresión puede variar a través de límites amplios, y las variaciones extremas pueden dar



310837

como resultado fallos de las llamas en el quemador. Se ha des-
 cubierto que incrementando la velocidad del gas dentro del
 tubo de inmersión en aproximadamente un 10 a un 15% por arri-
 ba de aquellas hasta ahora empleadas el nivel superior del ba-
 ño ácido se disminuye para formar una apariencia de plato, y
 el baño se separa del fondo del tubo, según se muestra en la
 figura 1.

Hay proporciones críticas que hacen la diferencia
 entre el líquido que está siendo comprimido en alejamiento
 con respecto al fondo del tubo de inmersión y el tubo de in-
 mersión que se está sumergiendo. Considerando el área anular
 de sección transversal entre el fondo del tubo de inmersión
 y el punto adyacente más cercano del evaporador II, se en-
 cuentra que la relación de la velocidad del tubo de inmer-
 sión a esta sección transversal anular, debe ser de aproxima-
 damente 0,336 m/minuto expresada como la velocidad por el -
 área de sección transversal en cm².

Por ejemplo, con una velocidad de tubo de inmersión
 de 431 metros/minuto y con el área de sección transversal
 anular de 1,290 cm. la relación puede ser determinada como
 sigue:

$$\text{Relación} \frac{\text{Velocidad del tubo de inmersión (m/min)}}{\text{Sección transversal anular (cm}^2\text{)}} = \frac{431 \text{ m/min.}}{1290 \text{ cm}^2} = 0,336 \text{ m/min.} \times \text{cm}^2$$

La relación puede expresarse también en términos de
 decímetros cúbicos por hora de velocidad por el área del ani-
 llo en cm², de la manera siguiente:

$$\text{Relación} \frac{\text{Volumen de gases de combustión (dm}^3 \text{ normales/horas)}}{\text{Sección transversal del anillo (cm}^2\text{)}} = \frac{60200}{32800} = 1,83 \text{ dm}^3/\text{h} \times \text{cm}^2$$

310937²⁴



1 Los valores expresados en estas dos relaciones son aquellos que llevan la condición de desplazamiento de líquido desde el fondo del tubo de inmersión.

5 Si estas velocidades de flujo de gas se disminuyen en un orden de 10 a 15%, el líquido no será separado ya a partir del fondo del tubo de inmersión, y la operación se invertirá a la condición de tubo de inmersión sumergido. Si la entrada o velocidad de gas se eleva en un 10 a 15%, pueden obtenerse resultados convenientes, pero la eficiencia de la operación será disminuida. Las variaciones de 2 a 3% de los valores de estas dos relaciones pueden también esperarse con cambios en la composición de alimentación, el porcentaje de SO₂ en la alimentación, y también con la composición de producto deseada en cuanto a la concentración de P₂O₅.

15 Se emplean velocidades de corriente gaseosa que son suficientes para causar el arrastre de gotas de ácidos hacia arriba a partir del baño, y se prefieren velocidades que apliquen presión alejando al líquido a partir del fondo del tubo de inmersión.

20 Las temperaturas del baño pueden variar de 204° a 399°C, o mayores, si se desea, y dependiendo del producto final que se va a preparar. Para la fraccionación de impurezas y la concentración de las impurezas en el residuo líquido pesado en el fondo del recipiente ll, se prefieren emplear temperaturas elevadas que producirían por lo menos una fracción de ácido metafosfórico, de manera que los grupos metafosfóricos pueden combinarse con todos los metales y las impurezas en los ácidos que se están tratando, de manera que las impurezas pueden separarse físicamente a partir del producto puro. Se encuentra que a las temperaturas elevadas, los grupos metafosfóricos, y otros grupos polifosfóricos, forman -

310837

24



1 polímeros con las impurezas, tales como aluminio y hierro, y
esto se debe a que son más pesados y tienden a encontrar paso
hacia el baño que está abajo, formando una material residual
pesado en el mismo. Se encuentra que estos poliácidos se unen
5 efectivamente con el hierro y el aluminio a aproximadamente
343° y hasta 538° o más, y aunque puede emplearse una escala
más amplia de temperatura, se prefiere una temperatura dentro
de la escala de 360° a 377°C.

En la práctica de la presente invención, puede ob-
10 tenerse un producto de ácido fosfórico de alta pureza a par-
tir del tubo 14 de la parte superior, y separarse a partir de
los gases de combustión en el separador de ciclón 15. Puede
obtenerse también un producto purificado a través del tubo 3,
que conduce a partir del recipiente recolector anular 30. El
15 residuo pesado concentrado en el baño 13, puede extraerse co-
mo un producto a través del tubo 22, por medio de la bomba 23,
que comunica con el fondo del baño 13.

Mediante el procedimiento anterior, se encuentra
que puede recuperarse aproximadamente un 92 a 95% del conteni-
20 do de P_2O_5 de la alimentación de ácido fosfórico, como líquido
a través de las salidas 15a y 31, mientras que el 5 a 8% res-
tante del contenido de P_2O_5 de la alimentación se recupera con
las impurezas en el residuo pesado extraído a partir del re-
cipiente 11. A modo de ejemplo, se puede producir en el apar-
25 to mostrado, un ácido de proceso húmedo con más de 80% de P_2O_5
con aproximadamente 0,1% de sólidos, aproximadamente 0,5% de
insolubles en citrato, aproximadamente 0,3% de Fe_2O_3 y aproxi-
madamente 0,3% de Al_2O_3 , produciéndose este producto a partir
de una alimentación de proceso húmedo de 54,7% de P_2O_5 , conte-
30 niendo 1,9% de Al_2O_3 y 1,23% de Fe_2O_3 .

31037



1 En la modificación mostrada en la figura 2, se emplea
un procedimiento en el cual los gases de combustión calientes
se descargan hacia abajo a una inclinación sobre el cuerpo -
de ácido fosfórico, para causar la elevación de gotas de lí-
5 quido 13c a la porción superior del evaporador para su reco-
lección. Omitiendo el tubo de inmersión, se provee un área
abierta para la elevación de las gotas, y también la inciden-
cia de los gases sobre el líquido a una inclinación, se en-
cuentra que es muy efectiva para formar y levantar las gotas
10 de ácido.

 En la ilustración dada en la figura 2, el ácido fog-
fórico de proceso húmedo se bombea a través de la línea de
alimentación 10c a la porción de tronco de cono 11c del evapo-
rador 12c, y dicho ácido forma un baño 13c en la porción in-
15 ferior de la cámara de reacción. Los productos de combustión
se hacen pasar del horno 14c a través del tubo 15c y múltiple
16c, a los conductos inclinados 17c que se extienden lateral-
mente a la cámara de reacción, a modo de dirigir los gases
calientes a una inclinación sobre el baño de ácido. En la -
20 ilustración dada, cuatro canales 17c se abren a través de las
paredes laterales de la cámara 11c, justamente por arriba del
baño 13c, a modo de dirigir los gases sobre el baño ácido,
como un resultado de dicha incidencia lateral de los gases,
resulta una turbulencia considerable, y se dirigen gotas de
25 ácido 13c hacia arriba a través de la cámara deshidratadora
12c. Además, el empleo de dichos chorros permite reducción
en la profundidad del baño ácido, a modo de reducir el tiempo
de retención promedio del líquido en el procedimiento, a un -
periodo breve de una fracción de 1 minuto.

30 Un tubo de extracción elevado 18c en la porción su-



310937

1 perior de la zona de deshidratación, arrastra los gases de -
combustión cargados de humedad, y también algunas gotas de
ácido arrastradas. Dichas gotas son separadas en el separador
de pistón, 19c, y se recuperan como producto líquido a tra-
5 vés de la salida de tubo 20c. Los gases continúan a través -
del tubo 21c al barredor de cama flotante 22c, en donde se se-
paran los contaminantes condensables y solubles en agua.

Se prefiere concentrar las impurezas pesadas en el -
baño 13c, y después extraer dicho residuo pesado a través de
10 la línea 23c por medio de una bomba de dique u otros medios.
Para recuperar las gotas arrastradas dentro del deshidratador
12c, se provee en el espacio de vapor por arriba del baño, un
recipiente anular 24c provisto con un tubo de extracción 25c.

En la modificación mostrada en las figuras 3 y 4, el
15 ácido fosfórico de alimentación se introduce en una forma fi-
namente dividida a una corriente de alta velocidad de gas de
combustión caliente, la corriente se hace girar dentro de una
zona acojinada para formar un anillo rotatorio. La temperatura
de los gases de combustión calientes se mantiene a un nivel -
20 suficientemente elevado para formar ácidos, tales como ácidos
metafosfóricos, que reaccionan con las impurezas metálicas, y
la fracción pesada resultante que contiene impurezas es lanza-
da a la periferia del anillo para recuperación separada de es-
ta fracción. Los gases calientes que contienen el vapor de
25 agua desprendido se extraen a partir de la porción superior
de la zona o anillo, y puede extraerse un ácido fosfórico con-
centrado, purificado, a partir de la porción inferior del ani-
llo, hacia adentro de su periferia.

En la ilustración dada en las figuras 3 y 4, 10d de-
30 signa un soplador que comunica con un horno (no mostrado) a



310937

1 partir del cual se extraen productos calientes de la combus-
tión, y los mismos son forzados a alta velocidad a través del
conducto 11d. El conducto 11d, según se muestra mejor en la
figura 2, descarga tangencialmente al alojamiento de separa-
5 dor 12d, a modo de formar una corriente o anillo rápidamente
rotatorio dentro del alojamiento cilíndrico 12d. La alimenta-
ción de ácido fosfórico del tanque de suministro 13d puede -
forzarse por medio de presión de aire u otra presión gaseosa
aplicada a través del tubo 14d, a través de un conducto 15d
10 a una boquilla de aspersion 16d, de manera que la alimentación
sea dividida y distribuida en gotas finamente divididas den-
tro de la corriente gaseosa en el conducto 11d. Deberá enten-
derse que pueden emplearse cualesquiera medios adecuados para
rociar la alimentación en una condición finamente dividida a
15 la corriente gaseosa.

Un conducto de salida 17d lleva hacia arriba y cen-
tralmente a partir del separador 12d, y descarga en un separa-
dor de ciclos 18d. El ácido fosfórico arrastrado puede recupe-
rarse en el fondo del recipiente 18d a través del tubo 19d.
20 Los gases y el vapor continúan a través del tubo 20d al barre-
dor de cama flotante 21d de construcción bien conocida, en -
donde se recuperan los contaminantes condensables y solubles
en agua.

El recipiente 12d se provee con una porción de fon-
25 do 22d en forma de V, que comunica con la salida 23d controla-
da a válvula, para la recuperación del fosfato pesado y el -
producto que contiene impurezas, dentro del recipiente 12d se
encuentra un receptáculo 24d en forma de V, que comunica en
su fondo con un tubo de salida 25d provisto con válvulas, para
30 la recuperación del producto ácido líquido, purificado. Con

310937

- 15 -



1 esta disposición, la salida 23d comunica con la periferia
del anillo rotatorio, a modo de extraer de la periferia, el
residuo pesado o fracción de fosfato que contiene las impure
zas metálicas, mientras que el recipiente central 24d comu
5 nica con la porción interna del cuerpo o anillo rotatorio a
modo de extraer la fracción ligera de ácido fosfórico que
contiene muy pequeñas cantidades de impurezas. Si se arras-
tra una porción del producto de ácido fosfórico con el gas y
los vapores que pasan hacia arriba a través del tubo 17d,
10 y dicho ácido fosfórico, ya que es extraído a través de una -
porción central del recipiente 12d, se encuentra que está -
sustancialmente libre de impurezas, y este producto puro pue
de recuperarse a través del tubo 19d.

15 En la operación del procedimiento y aparato, los
gases calientes de combustión son forzados a través del tubo
11d a una velocidad suficiente para formar una zona anular
rotatoria dentro del recipiente 12d, a modo de realizar una
separación de las fracciones más pesadas y más ligeras. La
velocidad no es crítica, ya que puede obtenerse cierta se-
20 paración a bajas velocidades, y se puede obtener una separa
ción mejor a altas velocidades, y para el operador es opcio
nal seleccionar cualquier velocidad adecuada que forme la
zona anular o anillo con una velocidad de rotación suficien
te para efectuar una separación.

25 La temperatura de los gases de combustión se man
tiene a un nivel suficientemente alto para realizar la pro
ducción de ácidos polifosfóricos, incluyendo ácidos metafos
fórico, que reaccionarán con las impurezas metálicas para
formar sales de fosfato. Dichas temperaturas pueden variar
30 de aproximadamente 650°C a 1.649°C. Ya que los gases de com



31-937

1 bustión del horno son usualmente de una temperatura superior,
dichos gases pueden diluirse con aire para llevar la tempera
tura a aquella adecuada para concentrar el producto y produ
cir por lo menos una fracción de ácido polifosfórico que re
5 accionará con las impurezas metálicas. Se prefieren emplear
temperaturas de gas de 927° a 1.371°C. Las temperaturas del
gas son lo suficientemente altas para elevar la temperatura
de las gotas del líquido fosfórico a aproximadamente 343° -
538°C, y preferiblemente a aproximadamente 360 - 377°C, sien
10 do tales temperaturas efectivas para producir grupos metafos
fóricos y posiblemente otros grupos de poliácido que forman
polímeros con las impurezas, tales como aluminio y hierro.

El material de alimentación puede ser cualquier -
alimentación de ácido fosfórico de proceso húmedo o ácido -
15 fosfórico conteniendo impurezas metálicas, y el ácido puede
descargarse en una corriente o pulverizarse en una condición
finamente dividida en la corriente gaseosa para la evapora
ción rápida de humedad y para el calentamiento de la alimen
tación de ácido fosfórico. Se prefiere descargar la alimenta
20 ción en la forma de una niebla o aspersión fina, que incremen
ta el calentamiento rápido de las gotas de ácido fosfórico,
pero deberá entenderse que el procedimiento puede emplearse
en el tratamiento de una corriente de ácido fosfórico que des
pués se divide a gotas mediante los gases calientes de movi-
25 miento rápido.

Los gases cargados de humedad que se separan del
ácido en el espacio que está debajo del tubo de salida central
17d, se separan hacia el evaporador de ciclón 18d, y la conden
sación en el mismo y en el barredor 21d produce un grado de
30 vacío que ayuda a dicha separación. Si se desea, puede utili-



1 zarse un soplador en comunicación con el tubo 17d para incre-
mentar la succión en el mismo, y la operación puede controlar
se fácilmente para la separación de cantidades sustanciales
de ácido fosfórico purificado, a partir de la porción central
5 de la zona anular o anillo rotatorio en el recipiente 12d, y
dicho producto purificado puede recuperarse, según se descri-
bió ya, a través del tubo 19d.

El ácido metafosfórico y otros ácidos polifosfóri-
cos que reaccionan con las impurezas metálicas para formar -
10 sales de fosfato, son llevados a la periferia externa de la
zona anular rotatoria en el recipiente 12d, y se extraen como
un producto separado a través del tubo 23d para utilizarse -
como un fertilizante y para otras aplicaciones. El producto
de ácido purificado que contiene pocas o sustancialmente nin-
15 gunas impurezas metálicas, se recupera a través del tubo 25d,
y dicho producto tiene valor como producto de ácido fosfóri-
co alimenticio y para utilizarse en detergentes y otras apli-
caciones.

Los ejemplos detallados y específicos, ilustrativos
20 del procedimiento, pueden establecerse como sigue:

EJEMPLO I

En un equipo deshidratador de 37,85 litros, equipado
con una bandeja recolectora 30, se introdujo ácido fosfórico
de proceso húmedo al 54%, en la cámara 11, a una velocidad -
25 de alimentación de 6,05 litros por minuto. Los productos de
combustión se descargaron a través del tubo de inmersión 12,
a una velocidad de 432 m/minuto. El baño ácido se mantuvo a
una temperatura de aproximadamente 366°C. El promedio de tiem-
po de retención en el evaporador fue como de 8 minutos. La re-
30 lación de salida del producto fue de 3,4 litros por minuto.



1 La temperatura del líquido saliente fue de 343°C. Los gases
 cargados de humedad que se separaron en el espacio situado
 arriba del baño ácido, estuvieron aproximadamente a 407°C. y
 se separaron a través de un conducto al separador de ciclón
 5 15, según se muestra en la figura 1. La copa recolectora tuvo
 un volumen de 1,89 litros. Se recogieron muestras, según se
 indica en el cuadro siguiente, que establece la composición de
 la alimentación, y el producto líquido extraído a través del
 tubo 22 se indica por "PRD", y el producto ácido extraído a -
 10 través del tubo 14 con los gases, al ciclón 15, se indica por
 las letras "C1", y el producto recuperado a partir de la ban
 deja 30 se indica por la palabra "copa",

Mues tra	% de P ₂ O ₅	% de H ₂ O en solu- ciones	% de Al ₂ O ₃	% de Al ₂ O ₃ con base en el P ₂ O ₅	% de Fe ₂ O ₃	% de Fe ₂ O ₃ con baño en el P ₂ O ₅
15 Alimen tación	54,7	0,54	1,19	2,2	1,23	2,2
PRD	81,1	5,94	1,75	2,2	1,63	2,0
PRD	80,5	8,84	2,23	2,8	1,89	2,3
PRD	81,0	7,53	1,64	2,0	1,64	2,0
20 PRD	81,3	6,74	1,58	2,0	1,66	2,0
Copa	81,7	0,06	0,56	0,44	0,33	0,4
Copa	80,6	0,15	-	-	0,33	0,4
Copa	80,0	0,08	0,21	0,26	0,28	0,33
C1	81,7	0,60	0,22	0,26	0,32	0,4
25 C1	81,3	0,35	0,22	0,26	0,26	0,33

Según se muestra a partir de los ejemplos anteriores, el pro-
 ducto recuperado a partir de la copa y a partir del ciclón es
 tá relativamente libre de impurezas, mientras que el producto
 recuperado a través del tubo 22 contiene impurezas en exceso
 30 de aquellas encontradas en la alimentación, mostrando así una

310037

-19 -



1 concentración de impurezas en el material residual extraído
a partir del baño.

5 En el ejemplo descrito anteriormente, hay una precipi-
tación de cationes sustancialmente metálicos, tales, como fos-
fatos de manera que los productos ácidos extraídos de los pun-
tos elevados a partir del espacio de vapor están relativamen-
te libres de impurezas. Al mismo tiempo, el residuo concen-
trado es de valor definido como producto fertilizante. Ade-
más, los productos valiosos anteriores, uno útil como fosfato
10 de calidad alimenticia y como detergente, y el otro como un
producto fertilizante, se producen en la única operación que
es necesaria y esencial para la concentración del ácido fos-
fórico y no requieren etapas de tratamiento adicionales. Es
una ventaja importante adicional el hecho de que ahora pueden
15 emplearse temperaturas extremadamente elevadas para producir
los poliácidos deseados sin miedo a la fracción de ácido meta-
fosfórico.

Aunque no se puede establecer con certeza por qué en
la operación de concentración hay un movimiento progresivo -
20 del ácido concentrado que tiene relativamente pocas impurezas
hacia los puntos elevados de extracción, y un movimiento pro-
gresivo de las impurezas y el ácido hecho reaccionar con las
mismas hacia el fondo del baño, puede ser que la siguiente
sea una explicación. Las gotas de ácido que están producién-
dase hacia arriba por medio de las corrientes gaseosas, con-
25 tienen impurezas, que debido a que son más pesadas, se mue-
ven hacia abajo a la porción inferior de cada gota, y la gota
tiende a romperse en dos moviéndose hacia arriba el fragmen-
to de gota más ligero, libre de impurezas, dentro de la co-
30 rriente de aire, y el fragmento de gota más pesado, que con

310937



1 tiene las impurezas, moviéndose hacia abajo contra la co--
 rriente. En efecto, la trituración o división del ácido en go
 5 tas, y la fragmentación de las gotas, permite que las fuer-
 zas de levitación eleven las gotas liberadas de impurezas -
 6 metálicas pesadas, mientras que las gotas que contienen meta
 les pesados se mueven progresivamente hacia abajo. Dicha se-
 paración se hace efectiva por la presencia de los grupos meta
 7 fosfóricos que se combinan con los metales, según se descri-
 bió anteriormente. Aunque puede efectuarse una separación me
 8 cánica por levitación o arrastre empleando las corrientes ga
 9 seosas ascendentes, sería posible también efectuar dicha se-
 10 paración por otros medios.

EJEMPLO II

15 El procedimiento se realizó según se describió en
 el ejemplo I, para obtener un producto de "copa" y "C1" que
 fue un ácido al 79% en peso de P₂O₅ (con base en la composi
 ción total). Se hizo un análisis del ácido para determinar
 la distribución del polímero, con los siguientes resultados

%	Acido al 79% de P ₂ O ₅
Orto	5
Piro	30
Tripoli	35
Tetrapoli	10
Pentapoli	5
Superior	15

20 A partir del análisis anterior, se notará que no se
 encontró ácido metafosfórico en el producto final. Aunque -
 se profujo el ácido cíclico (v. gr. meta) en el procedimien
 25 to, esta fracción reaccionó con las sales metálicas y formó
 30 complejos cíclicos que se recogieron en el baño en el fondo



310937

1 de la zona de reacción. El exceso del compuesto cíclico por
arriba de aquel requerido para reaccionar con las impurezas
metálicas, puede convertirse a poliácidos acíclicos de análi
5 sis superior. Así, en una operación de concentración progre
siva, la forma orto puede convertirse a la forma acíclica y a
la forma cíclica, una porción de la forma cíclica reaccionan
do con las impurezas metálicas presentes y el exceso de la
forma cíclica en la misma operación convirtiéndose a las for
mas de poliácido acíclico superior. Así, el producto consis
10 te predominantemente de ácidos polifosfóricos acíclicos, con
más del 50% del producto en la forma acíclica. Se han obteni
do mejores resultados cuando los poliácidos (acíclicos) cons
tituyen más del 70%, y preferiblemente más del 80% de P_2O_5
en el producto.

15 Es un factor de gran importancia el hecho de que el
producto concentrado, de alto análisis, permanece concentra
do durante la separación a partir de los complejos metálicos,
y se encuentra disponible para formulación de nuevas composi
ciones fertilizantes de alto análisis. La separación de las
20 impurezas metálicas se logra mediante la operación de concen
tración, y los complejos de impurezas metálicas se recuperan
separadamente como un producto fertilizante útil.

EJEMPLO III

25 En un aparato según se muestra en las figuras 3 y 4,
los gases de combustión calientes se extraen a partir de un
horno y se diluyen con aire a una temperatura de $1,093^{\circ}C.$,
y pasan a través del conducto 11 y tangencialmente al reci
piente 12, para producir una zona anular rotatoria en el mis
mo. El ácido fosfórico de proceso humedo que tiene un conte
30 nido de ácido fosfórico de 54,7% en peso, calculado como equi



310937

valente de P_2O_5 , se rocía sobre aire a presión en el conduc-
to 11, y es llevado por una corriente gaseosa a la zona anu-
lar rotatoria en el recipiente 12. La velocidad de alimenta-
ción del ácido rociado es de 6,05 litros por minuto. La ali-
mentación contiene como impurezas un 0,54% de insolubles. El
tanto por ciento de Al_2O_3 es de 1,19, y sobre una base de P_2O_5
 P_2O_5 , el tanto por ciento de Al_2O_3 es de 2,2. El tanto por cien-
to de Fe_2O_3 es 1,23, y el tanto por ciento sobre una base de
 P_2O_5 , es de 2,2. La temperatura de las gotas de líquido arras-
trado es de aproximadamente 338°C. Los gases cargados de hume-
dad que son extraídos a partir de la porción superior del se-
parador 12, tienen una temperatura de aproximadamente 407°C.
Se obtiene un producto a partir del separador de ciclón 18,
y se obtiene también un producto líquido a través del tubo -
de extracción 25. A través del conducto 13, se recupera un -
producto no purificado a un producto que contiene las impure-
zas. El último producto tiene un contenido de fósforo de --
81,1 y un porcentaje de insolubles en agua de 5,94. El por--
centaje de Al_2O_3 es de 1,75, y sobre una base de P_2O_5 , es de
2,2. El porcentaje de Fe_2O_3 es de 1,63, y sobre una base de
 P_2O_5 , es de 2,0. El producto purificado, recuperado a través
del tubo 25, tiene un contenido de fósforo de 81,7 sobre una
base de P_2O_5 , y un contenido de insolubles en agua de 0,05.
El contenido de Al_2O_3 es de 0,34, y sobre una base de P_2O_5 -
es de 0,44. El porcentaje de Fe_2O_3 es de 0,33, y sobre una
base de P_2O_5 , es de 0,4.

En resumen, la Patente de Invención que se solicita re-
caerá sobre las siguientes:

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para concentrar ácidos fósforicos

310937



1 que contienen impurezas, que se caracteriza por los pasos de
calentar ácidos ortofosfóricos que contienen impurezas metá-
licas, para concentrar los ácidos y formar ácido fosfórico -
cíclicos, hacer reaccionar el ácido cíclico con dichas impu-
5 rezas metálicas para formar complejos metálicos cíclicos, y
durante dicha operación de concentración, recuperar ácido po-
lifosfórico libre de la porción principal de dichos comple-
jos metálicos.

2. Un procedimiento en conformidad con la reivindica-
10 ción 1, en donde los ácidos durante dicha concentración se
someten a separación por gravedad para la separación de di-
chos complejos metálicos cíclicos.

3. Un procedimiento en conformidad con la reivindica-
ción 1, en donde dichos ácidos cíclicos que reaccionan con
15 dichas impurezas metálicas, se calientan ulteriormente para
convertirlos a la forma poliacíclica.

4. Un procedimiento en conformidad con la reivindica-
ción 1, en donde más del 80% del P_2O_5 de dichos ácidos orto-
fosfóricos se convierte a la forma poli.

20 5. Un procedimiento para concentrar ácidos fosfóricos
que contienen impurezas que se caracteriza por los pasos de
alimentar el ácido a una zona de reacción, para formar un ba-
ño en la misma, poner en contacto dicho baño ácido con una -
corriente de alta velocidad de gases calientes de combustión
25 para calentar dicho ácido a las temperaturas de deshidrata-
ción y para llevar las gotas de ácido al espacio de vapor --
por arriba de dicho baño, extraer gas y vapores a partir de
la porción superior de dicha zona, recoger las gotas de áci-
do en dicho espacio de vapor, y extraer dicho ácido recogido.

30 6. Un procedimiento en conformidad con la reivindica-



1 ción 5, en donde dichos gases se descargan a través de un tu
bo y a una velocidad que rebaja una porción de dicho baño --
por debajo de dicha corriente para separar dicho tubo a par-
tir de dicho baño.

3 7. Un procedimiento en conformidad con la reivindica-
ción 6, en donde el área de sección transversal de la zona -
anular o anillo entre el fondo del tubo de inmersión y el --
punto más cercano del recipiente para el baño, presenta una
relación con respecto a la velocidad de los gases de combus-
10 tión en dicho tubo siendo dicha relación de la velocidad de
tubo a dicha sección transversal anular, de aproximadamente
0,336 metros por minuto como velocidad por el área de la sec-
ción transversal en centímetros cuadrados.

15 8. Un procedimiento en conformidad con la reivindica-
ción 5, en donde dicha corriente de gas caliente de combus-
tión se dirige lateralmente sobre dicho baño.

20 9. Un procedimiento en conformidad con la reivindica-
ción 5, en donde dicha corriente de los gases de combustión
se divide en chorros que están inclinados hacia abajo sobre
dicho baño.

10. Un procedimiento en conformidad con la reivindica-
ción 9, en donde dichos chorros se dirigen sobre dicho baño
ácido desde direcciones opuestas.

25 11. Un procedimiento en conformidad con la reivindica-
ción 1, en donde dichos ácidos ortofosfóricos que contienen
impurezas metálicas se calientan por contacto con los gases
calientes de combustión en una corriente en flujo, y la co-
rriente resultante que comprende gases calientes y ácido fos-
fórico arrastrado por los mismos, se hace girar dentro de --
30 una corriente confinada, para formar una zona anular, y las

310937



1 sales de fosfato pesadas, resultantes, se extraen a partir de la periferia externa de dicha zona anular rotatoria.

5 12. Un procedimiento en conformidad con la reivindicación 11, en donde los ácidos fosfóricos sustancialmente libres a partir de dichas sales de fosfato son extraídos de la porción central inferior de dicha zona anular.

10 13. Un procedimiento en conformidad con la reivindicación 11, en donde los gases de combustión que contienen humedad son extraídos a partir de la porción superior de dicha zona.

14. Un procedimiento en conformidad con la reivindicación 11, en donde dichos ácidos fosfóricos y sus impurezas se introducen en condición finamente dividida en dicha corriente de gases de combustión caliente.

15 15. Un procedimiento en conformidad con la reivindicación 11, en el cual el ácido fosfórico se calienta por dichos gases a una temperatura que oscila entre 360° y 377°C.

20 16. Un procedimiento en conformidad con la reivindicación 5, en el cual las gotas ricas en impurezas son devueltas a dicho baño para formar un residuo pesado y en el cual dicho residuo es extraído como producto.

25 17. Un procedimiento en conformidad con la reivindicación 1, en el cual dicho ácido se calienta a una temperatura que oscila entre 360° a 377°C. para la producción de ácido metafosfórico.

30 18. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: "UN PROCEDIMIENTO PARA CONCENTRAR ACIDOS FOSFORICOS QUE CONTIENEN IMPUREZAS".

310937

-26-

14



1 Todo conforme queda descrito y reivindicado en la pre-
sente memoria descriptiva que consta de veintiseis páginas
mecanografiadas y dibujos adjuntos.

Madrid, 24 de marzo de 1.965

3 ALFONSO UNGRIA

P.P.

A handwritten signature in dark ink, appearing to be "J. Pedraza".

Fdo. Juan Pedraza

10

18

26

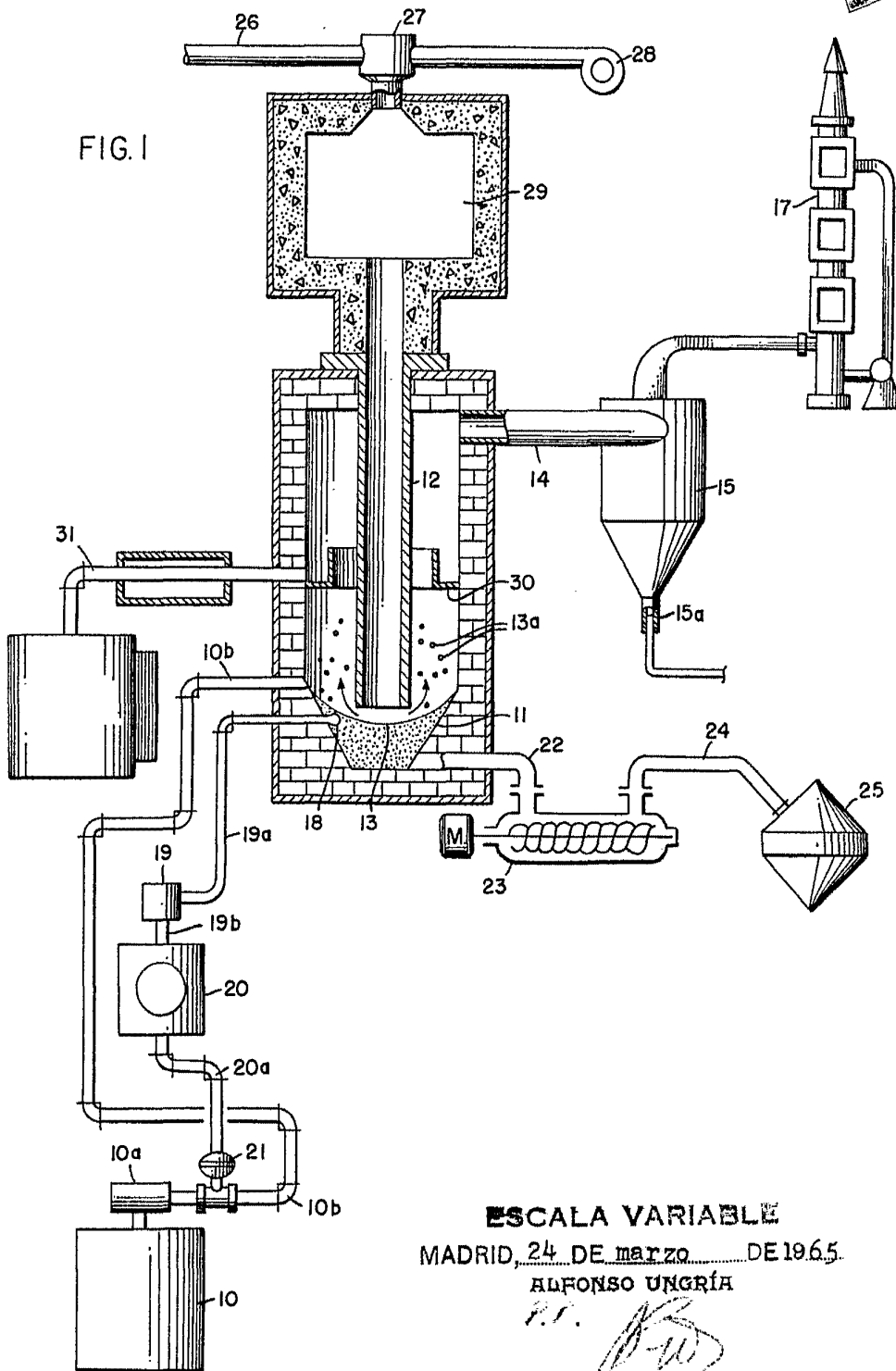
33

30

31.037



FIG. I



ESCALA VARIABLE
 MADRID, 24 DE marzo DE 1965.
 ALFONSO UNGRÍA

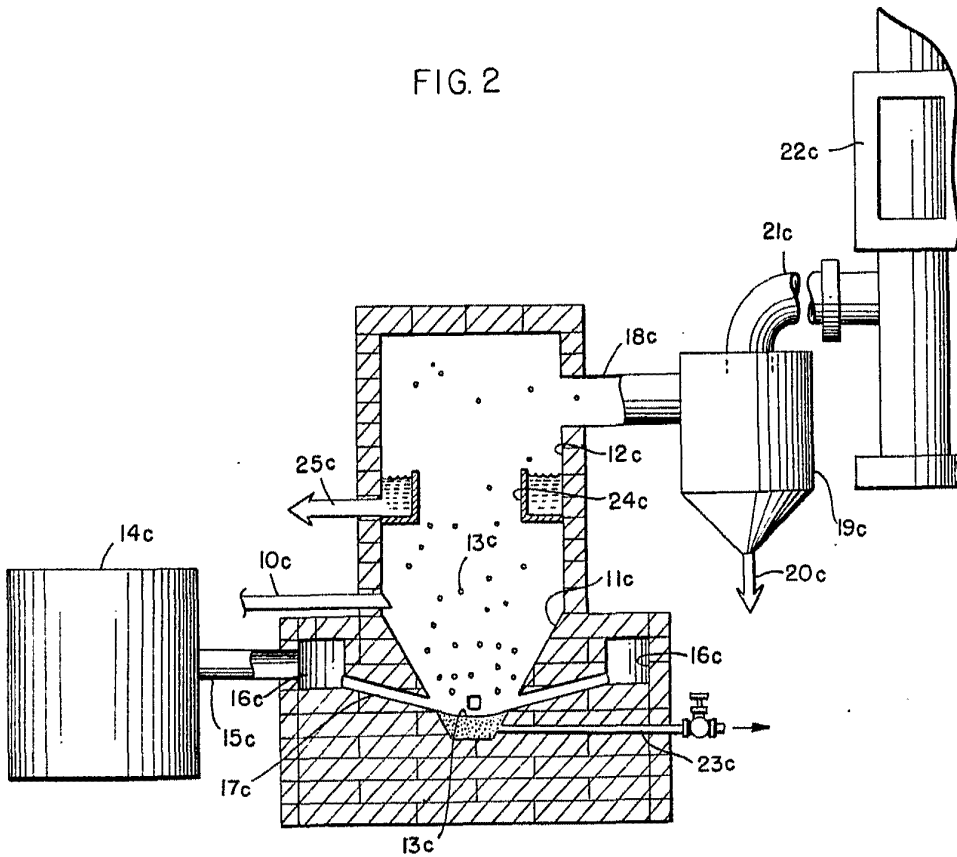
[Handwritten signature]

310337

24



FIG. 2



ESCALA VARIABLE
MADRID, 24 DE marzo DE 1965
ALFONSO UNGRÍA



FIG. 3

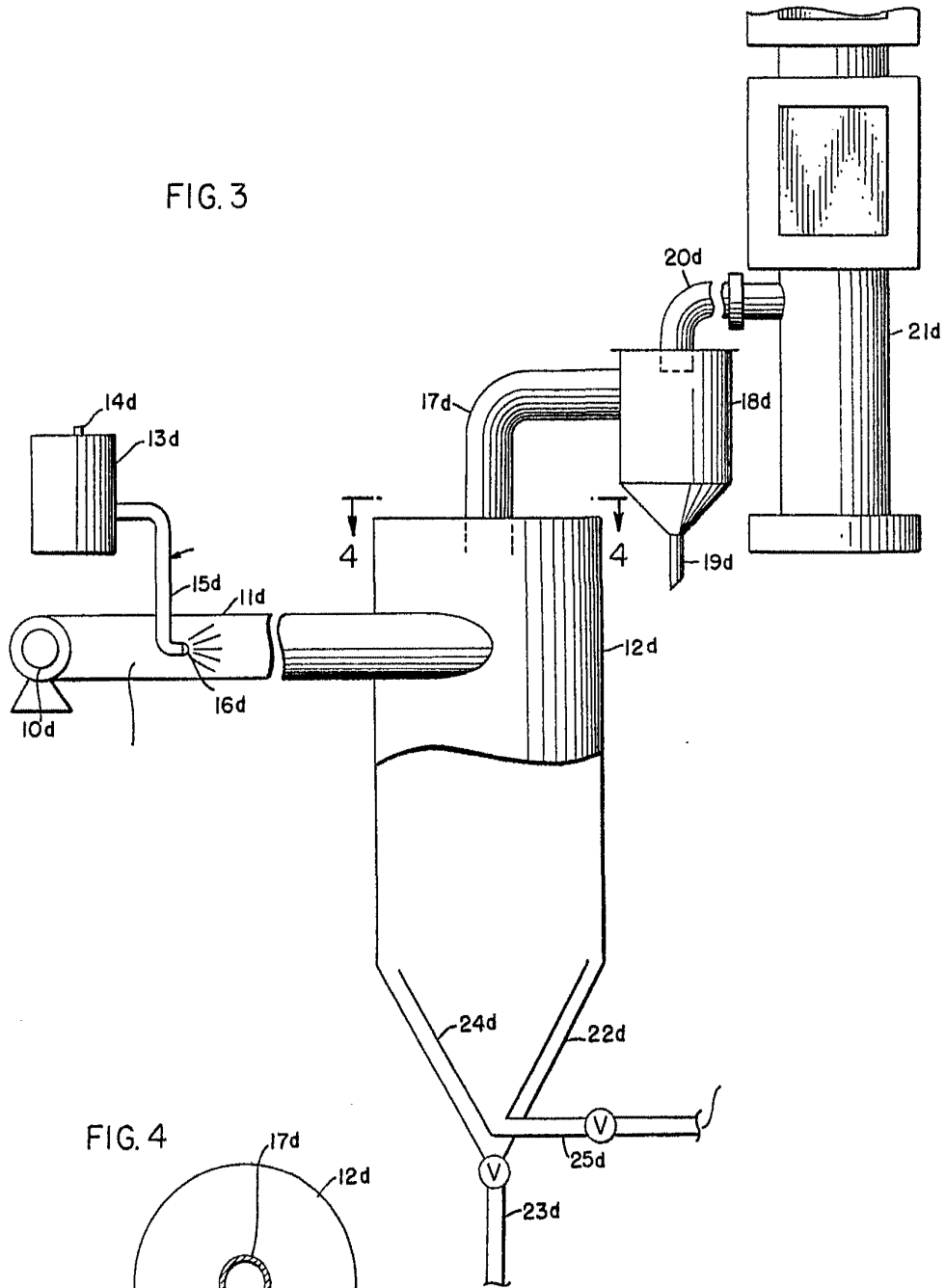


FIG. 4

ESCALA VARIABLE
MADRID, 24 DE marzo DE 1865
ALFONSO UNGRÍA