

14

PATENTE DE INVENCION



Ref: 6613.

315328

Memoria Descriptiva
sobre

" PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE ACIDO
FOSFORICO " .

Solicitante: SOCIETE ANONYME HEURTEY, entidad francesa, residente
en 30-32, rue Guersant, PARIS (Seine), Francia.

Este invento se refiere a un proce-
dimiento de fabricación de ácido fosfórico me-
diante el ataque de los fosfatos naturales por -
el ácido sulfúrico, con producción inicial de
5. cristales de sulfato de calcio en forma de semi-



hidrato, transformado en las fases posteriores de fabricación, en yeso (sulfato de calcio dihidratado.).

5. La ventaja fundamental de este procedimiento es el mejorar la fabricación del ácido fosfórico, permitiendo una filtración fácil de yeso obtenido. Esta ventaja se consigue por la obtención, a causa del hecho de la cristalización inicial de semi-hidrato, de cristales de yeso especialmente regulares, lo cual los hace más aptos para la filtración.

10. Otra ventaja del procedimiento es la obtención de un rendimiento de recuperación más elevado del P_2O_5 contenido en el fosfato natural. El procedimiento permite además la utilización de superficies de filtración inferiores, merced a la obtención de cristales de yeso de gran dimensión.

15. Un procedimiento al semi-hidrato, conocido, se funda en la producción en un equipo adjunto, de pequeños gérmenes cristalinos activos, introducidos inmediatamente en la fase de hidratación y de cristalización. La particularidad de este procedimiento consiste en obtener un tiempo de hidratación y de recristalización, relativamente corto.

20. Otro procedimiento, no utiliza gérmenes cristalinos activos, y por este hecho precisa un tiempo de hidratación, y de recristalización más importante, para obtener buenos cristales.

25. 30.

315328



les de yeso.

5. De acuerdo con este invento, se producen cristales de siembra en el seno mismo de una de las cubas de reacción, lo cual permite un periodo de hidratación y de recristalización relativamente reducido, paralelamente a una simplificación del equipo.

10. El procedimiento así perfeccionado, utiliza un exceso de ácido sulfúrico comparable al de los procedimientos clásicos al dihidrato.

15. La descripción siguiente, en combinación con el dibujo que se facilita a título de ejemplo no limitativo, permitirá comprender perfectamente como puede aplicarse este invento en la práctica.

20. La única figura representa muy esquemáticamente, una instalación de producción de ácido fosfórico, que permite la puesta en práctica del procedimiento.

25. La instalación representada comprende una alimentación 1 de fosfatos naturales pulverulentos con un tamaño de grano conveniente, de caudal controlado, en una cuba 2 que recibe también, por el conducto 3, una mezcla de ácido sulfúrico concentrado y de ácido fosfórico débil, procedente de una fase posterior del procedimiento. La mezcla de reacción de la cuba 2, se bate por un dispositivo de agitación 4. En esta cuba, la temperatura de reacción se mantiene a un nivel su-

30.



perior a la temperatura de transición del sulfato de calcio semi-hidratado a sulfato de calcio dihidratado. Se mantiene esta temperatura a un valor superior a 90°C, sin llegar sin embargo a la temperatura de ebullición de la mezcla.

5.

Esta temperatura se mantiene con ayuda de un agitador de superficie 5 o por cualquier otro dispositivo de enfriamiento controlado, adecuado, o por estos dos medios a la vez.

10.

De acuerdo con la Patente nº 293.199 solicitada por la misma Sociedad el 5 de Noviembre de 1.963 para " Procedimiento de depuración, en la fase de fabricación del ácido fosfórico, y aparatos que permitan la aplicación práctica de dicho

15.

procedimiento ", es posible obtener una reacción complementaria de los compuestos fluorados contenidos en los fosfatos naturales por la adición de una cantidad regulada de un compuesto silíceo, reactivo, y eventualmente de una sal sódica. Estas adiciones pueden realizarse en la cuba 2.

20.

Después de una permanencia del orden de 1 hora en esta cuba, la mezcla de reacción pasa de modo continuo por el rebosadero 8, a la cuba 9 donde el medio de reacción se bate por el dispositivo de agitación 10.

25.

En esta cuba se introduce también, por el conducto 11, la cantidad de mezcla de ácido sulfúrico monohidratado y de ácido fosfórico diluido, necesaria para terminar el ataque de la roca fosfatada.

30.



5. Con objeto de tener, durante el ataque inicial en la cuba 2, un exceso relativo de ácido sulfúrico con respecto al ácido fosfórico, se prevé el añadir directamente en la cuba 9 una fracción del ácido fosfórico diluido sin haberla mezclado con el ácido sulfúrico; esta fracción se introduce por el conducto 12, a un caudal regulado por el dispositivo 13.

10. Se prevé también el llevar a la cuba 9 una cantidad de lechada a base de yeso, obtenida al final de la reacción, con objeto de introducir los gérmenes de sulfato de calcio dihidratado que permitan la iniciación de la recristalización del sulfato de calcio semi-hidratado, formado en la cuba 2. Esta lechada o pasta se introduce por el conducto 6, a volumen regulado por el dispositivo 7.

15. En la cuba 9, se mantiene una temperatura inferior a la de la cuba 2, para provocar la transformación del sulfato de calcio semi-hidratado en sulfato de calcio dihidratado, que se deposita sobre los cristales de dihidrato introducidos como antes se indica y producidos en el seno de la cuba por la continuación del proceso de ataque a una temperatura inferior.

20. Esta temperatura es del orden de 80°C y se la mantiene por la recirculación de la mezcla de reacción a través del dispositivo de enfriamiento 14. En el esquema, este dispositivo se representa en forma de un refrigerador en vacío, en

25.

30.



el que el vacío se establece por el dispositivo 15; la mezcla se introduce por la tubería 16 mediante la bomba 17, a un caudal regulable, aspirando en la cuba 9.

5. La lechada enfriada sale del refrigerante 14 por la tubería 18 y se deposita en el recipiente 19, donde se bate por un agitador 20.

10. La lechada contenida en el recipiente 19, rebosa, por una parte, por el gollete 21 pesando a la cuba 9, y, por otra parte por el gollete 22 dirigiéndose a la cuba de reacción final 23.

15. El periodo de permanencia necesario en la cuba 9 para la realización de las reacciones deseadas, es del orden de 2 a 4 horas.

20. La mezcla de ácido sulfúrico y de ácido fosfórico diluido, que alimenta las cubas 2 y 9 por las tuberías 3 y 11, se prepara del modo siguiente: el ácido sulfúrico concentrado, almacenado en un depósito 24, alimenta un dispositivo mezclador 25 con un caudal controlado por el dispositivo de regulación 26.

25. Al dispositivo mezclador 25 llega también, por la tubería 27, ácido fosfórico débil producido en una fase posterior del procedimiento.

30. La mezcla de los dos ácidos se recibe en un depósito 28, que tiene dos desbordamientos regulables 3 y 11 que alimentan las

cubas 2 y 9.

315328



5. A la cuba de reacción final 23 llega una fracción de la mezcla de reacción que sale del refrigerador 14. La temperatura de esta fracción de la mezcla es, pues, la que reina en el refrigerador 14 y se regula, por ejemplo, por del dispositivo de vacío del refrigerador. Esta temperatura se mantiene a un valor que normalmente no excede de 70°C; es favorable para el aumento de los grnos de sulfato de cal dihidratado y para la recristalización del semihidrato en estado de dihidrato.

10. La lechada se bate por el dispositivo de agitación 29 y la cuba contiene también una bomba 30 que permite la recirculación a caudal controlado, de una fracción de la lechada a baja temperatura, en la cuba de reacción 9.

15. Después de una permanencia de 3 a 6 horas en la cuba 23, la lechada cristalina se acciona de nuevo por la bomba 31 y se envía hacia el sistema de filtración final, por el conducto 32.

20. La filtración puede realizarse, por ejemplo, en un filtro horizontal 34 que puede ser el tipo de filtro de vasijas basculantes o de tira continua; en la figura se esquematiza un filtro de vasijas basculantes.

25. En este filtro se realiza un lavado metódico en contra-corriente que permite obtener, por una parte, a la descarga del filtro,

30.

315328 14



el yeso separado de su ácido fosfórico y, por otra parte, en cabeza del filtro, ácido fosfórico a la concentración de 30 a 32%.

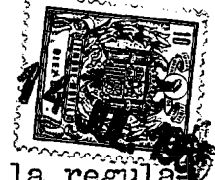
5. La filtración se activa por una acción en vacío o aspiración mantenida por una bomba en vacío 35, separadores 36 a 39 y columnas barométricas 40 a 43.

10. Los filtrados se recogen en los recipientes 44 a 47. Se accionan de nuevo por las bombas 48 a 51 para volverse a pasar a las etapas de lavado del filtro, así como al dispositivo de mezcla 25 y a la reserva de ácido fosfórico producido 52.

15. Después del lavado final con agua, introducida desde 53, el yeso que sale del filtro se recoge en un "divisor" 54, y se dirige a la utilización 55.

20. Como es natural, sin separarse del cuadro de este invento, pueden introducirse modificaciones en las formas de construcción que acaban de describirse. En especial, las cubas de reacción necesarias para la aplicación de las distintas fases sucesivas del procedimiento, se han esquematizado en forma de cubas distintas; pueden estar constituidas por departamentos de una misma cuba, comunicantes entre sí, de acuerdo con el esquema general de la reacción, y de capacidad correspondiente a las distintas duraciones previstas.

30. Asimismo, el dispositivo de refri-



geración regulado que permite cooperar a la regulación, de la temperatura reinante en la cuba 2, podría comprender un mádio de recirculación de gasto o caudal regulado que retirara una fracción de lechada fosfórica de la cuba 23 o una fracción de ácido fosfórico débil de una de las cubas del filtro, por ejemplo la cuba 45 o de los dos sitios a la vez.

N O T A

10. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento se refiere a una Solicitud de Patente presentada en Francia, con el número : PV.981.874, de fecha 16 de julio de 1964, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España : sobre, "PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE ACIDO FOSFORICO " ;
- 15.
20. caracterizándose por lo siguiente :
- 25.

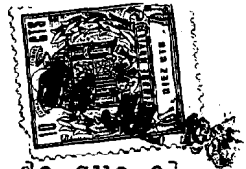
1ª.- Procedimiento de fabricación de ácido fosfórico por ataque de los fosfatos naturales con ácido sulfúrico, caracterizado porque en una primera fase, se produce una lechada que

30. contenga el sulfato de cal en forma de semi-hidra-



- to, manteniéndose la reacción durante un periodo del orden de 1 hora, a una temperatura controlada, superior a la de transición entre las formas sulfato de cal semi-hidratado y sulfato de cal dihidratado, o sea alrededor de 90°C; y en una segunda fase se transforma el sulfato de cal semi-hidratado en sulfato de cal dihidratado, al mismo tiempo que se termina la reacción de ataque de los fosfatos en dos fases sucesivas que se verifican a temperaturas decrecientes del orden, respectivamente, de unos 80°C y unos 70°C, o menos; la duración de estas últimas fases es respectivamente del orden de 2 a 4 horas para la primera y de 3 a 6 horas para la segunda.
5. 2ª.- Procedimiento, según la reivindicación 1ª, caracterizado por el hecho de que el ácido sulfúrico se le añade ácido fosfórico diluido.
10. 3ª.- Procedimiento, según la reivindicación 1ª, caracterizado por el hecho de que las temperaturas de las fases segunda y tercera se regulan por enfriamiento de la lechada, en cantidad variable y hasta una temperatura regulable, en un dispositivo de enfriamiento.
15. 4ª.- Procedimiento, según la reivindicación 2ª, caracterizado por el hecho de que en las dos primeras partes, la introducción de la mezcla de ácidos sulfúricos y fosfórico, se realiza de modo controlado.
20. 5ª.- Procedimiento, según la reivin-
- 25.
- 30.

315328



dicación 1ª, caracterizado por el hecho de que el yeso hidratado contenido en la lechada al final de la tercera fase de reacción, se separa por una filtración clásica o por cualquier otro sistema de separación.

5.

6ª.- Procedimiento, según la reivindicación 1ª, caracterizado por el hecho de que, durante la primera fase de reacción, se procede a la fijación del fluor contenido en los fosfatos naturales en forma de fluosilicatos, por la adición de un compuesto silíceo reactivo, y en caso dado, de una sal sódica.

10.

7ª.- Procedimiento, según la reivindicación 1ª, caracterizado por el hecho de que el control de la temperatura a un valor superior a la temperatura de transición entre las dos formas de sulfato de cal en la primera fase, se refuerza por un reciclado regulado de productos fríos retirados, bien antes de la filtración, o bien después o bien antes y después a la vez.

15.

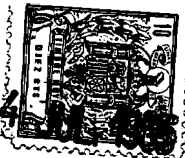
20.

8ª.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1ª - 7ª, caracterizado porque las cubas de reacción necesarias para la aplicación de las distintas fases de la reacción, se construyen en forma de depósitos distintos de capacidad correspondiente a las duraciones de cada fase de reacción.

25.

9ª.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1ª - 7ª, caracterizado porque las cubas de reacción se combinan en una cuba única.

30.



dividida en departamentos que comunican entre sí de acuerdo con el esquema general de la reacción y de capacidad correspondiente a las diversas duraciones previstas.

5. 10ª.- " Procedimiento para la fabricación de ácido fosfórico "; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria, e ilustrado en el dibujo adjunto.

10. Esta Memoria consta de doce hojas, escritas a máquina por una sola cara.

MADRID, 14 JUL. 1965

SOCIETE ANONYME HEURTEY.

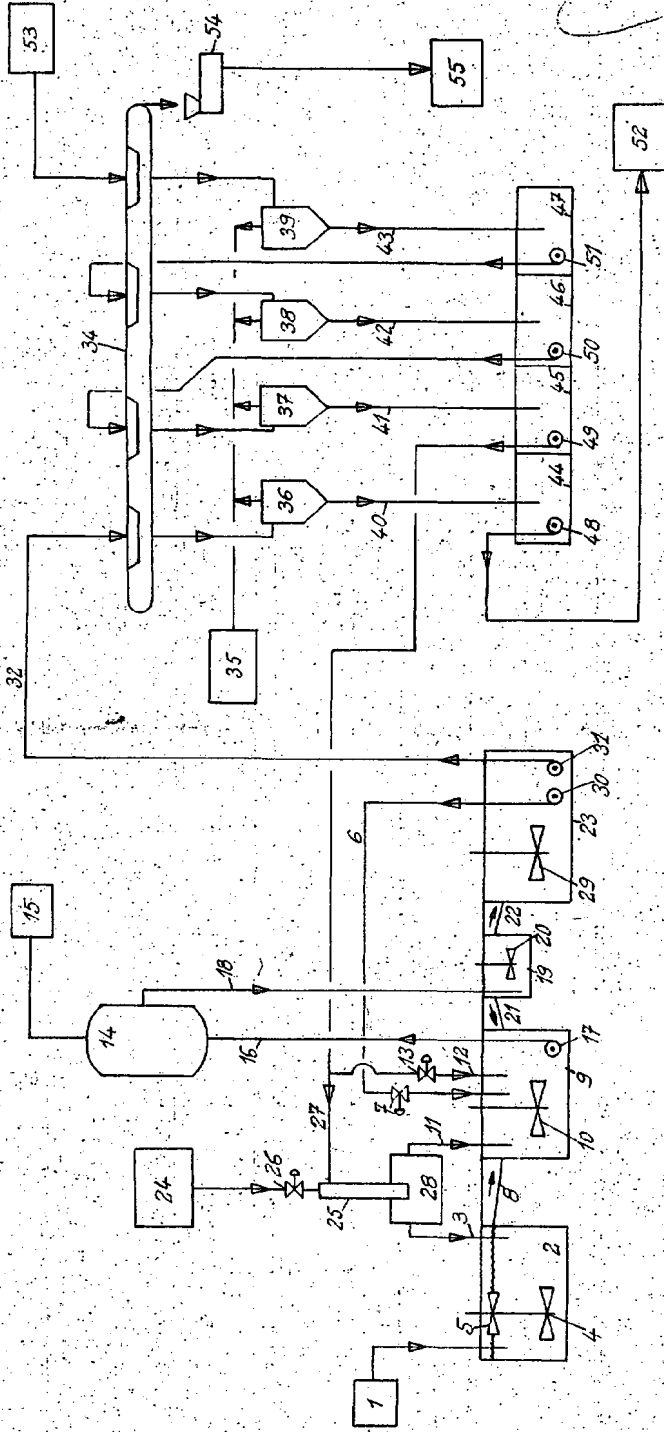
J. GOMEZ ACEBO Y MODER
SA



04 JUL 1934
ESCALA
VARIABLE

315328

315328



14 JUL 1934
Madrid
SOCIETE ANONYME HEBURLEY
S.A.