

322511



PATENTE DE INVENCION

Fº 2545.

## *Memoria Descriptiva*

*sobre*

"PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE ACIDO FOSFORICO POR  
VIA HUMEDA".

*Solicitante:* Socièté PROREA, entidad francesa, residente en 11,  
Rue Antonin Raynaud, à LEVALLOIS PERRET, Francia.

-----

Este invento se refiere a un procedimiento de producción de ácido fosfórico, por vía húmeda, partiendo de fosfato y de ácido sulfúrico.

Los procedimientos actuales de producción de ácido fosfórico por vía húmeda, se basan sobre el

5.



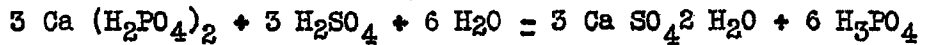
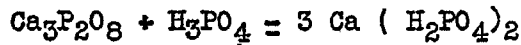
mismo principio, que es: un circuito de pasta o lechada fosfórica (constituída por 70 a 60% en peso de ácido fosfórico al 30-32% de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> y 2,5% de ácido sulfúrico y de 30 a 40% en peso de yeso) se somete sucesivamente,

5. pero en un órden variable, a las acciones siguientes:

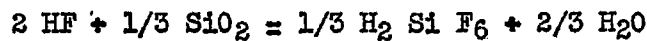
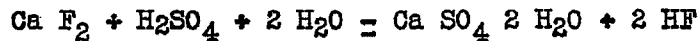
1º - Introducción de fosfato mas o menos triturado,

en el circuito. Esta introducción se realiza en una de las cubas o fracción de cuba que componen el circuito. Las reacciones de base, son las siguientes,

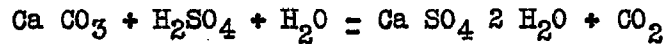
10.



Las principales reacciones secundarias son:



15.



2º - Introducción del ácido sulfúrico más o menos enérgicamente concentrado, en el circuito.

El ácido sulfúrico se mezcla generalmente con las aguas de lavado de la filtración de pasta o lechada, en el momento de su introducción en el circuito de ésta. La introducción de ácido sulfúrico permite mantener el exceso de ácido sulfúrico en solución en el ácido fosfórico que se empobrece constantemente con respecto al mismo, por las reacciones indicadas en 1º.

20.

3º - Las reacciones del fosfato y del ácido sulfúrico

25.

desprenden una cantidad de calorías importante, que es necesario eliminar para la conservación del régimen adecuado de temperatura. Esta eliminación se obtiene por ebullición en vacío del circuito de pasta o lechada, o por enfriamiento del mismo circuito por insuflación de aire.

30.



4º - Extracción del circuito, de la cantidad de pasta o lechada producida a consecuencia de 1º, 2º y 3º. La pasta o lechada restante en el circuito, inicia un nuevo ciclo.

5. La pasta o lechada producida se dirige a una o varias cubas de maduración (o eliminación final de las últimas trazas de reacción, puesta en equilibrio de solubilidad del ácido fosfórico con el yeso,...).

10. Después de la maduración, la pasta o lechada se dirige a un filtro de vacío en el que se realiza la separación del ácido fosfórico producido con el yeso. La eliminación de las últimas fracciones de ácido que impregna los cristales de yeso, se obtiene por un lavado con agua en contra-corriente. Los filtros de vacío actuales, son de dos o tres lavados.

15. La operación de filtración constituye a veces el punto difícil de esta fabricación. La aptitud de los cristales de yeso para la filtración es muy variable en función de sus formas y de sus dimensiones.

20. Por definición, un buen procedimiento de producción de ácido fosfórico, es el que permite obtener cristales de yeso fácilmente filtrables y, a la vez, un rendimiento de extracción global de  $P_2O_5$  de 95% y una concentración del ácido fosfórico producido, de 30 a 32% de  $P_2O_5$ .

25. La filtrabilidad de los cristales de yeso es una función de la regularidad y de las dimensiones de los mismos.

30. La dificultad de base que hace difícil la producción de cristales de yeso grandes y regulares, es la



débil solubilidad del sulfato cálcico en el ácido fosfórico. Las dimensiones alcanzadas en los mejores casos, están comprendidas entre 100 y 300  $\mu$ .

5. Las curvas de solubilidad del yeso y del semi-hidrato (fig. 1) en el ácido fosfórico, demuestran la importancia de este factor y las dificultades resultantes. Desde luego, es en gran parte por esta razón por lo que el gasto horario del circuito de pasta o lechada es de 10 a 20 veces superior a la cantidad horaria de pasta o lechada producida, para compensar parcialmente la pequeña solubilidad del sulfato de cal.

10. Este invento se propone introducir distintas mejoras en el procedimiento antes expuesto de producción del ácido fosfórico con objeto de que el sulfato de cal, en fin de reacción, se encuentre en un estado cristalino que facilite la separación.

15. Tiene por objeto un procedimiento de producción del ácido fosfórico, por vía húmeda, partiendo de una pasta o lechada fosfórica que circula en circuito cerrado, y a la que se añade el fosfato natural más o menos triturado y ácido sulfúrico más o menos concentrado, y que se caracteriza porque el ácido sulfúrico se dispersa a gran velocidad en la pasta o lechada en forma de láminas distribuidas y muy delgadas.

20. Otro objeto de este invento es una regulación de las condiciones fisicoquímicas (temperaturas, gasto horario del circuito de pasta o lechada, etc.) de la reacción, para provocar la formación de yeso ( $\text{SO}_4\text{Ca} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), o de  $\alpha$  semi-hidrato ( $\text{SO}_4\text{Ca} \cdot 1/2 \text{H}_2\text{O}$ ), o bien de anhidrita ( $\text{SO}_4\text{Ca}$ ).

25. 30.



Otro objeto de este invento consiste en obtener cristales de yeso de un tamaño comprendido entre 200 y 350 micrones por regulación hacia 70°C de la temperatura alcanzada por la pasta o lechada inmediatamente después de la dispersión del ácido sulfúrico.

5.

Todavía otro objeto de este invento es obtener la formación de un precipitado microscópico (probablemente del  $\beta$  semi-hidrato inestable) por regulación por encima de 70°C de la temperatura alcanzada por la pasta o lechada inmediatamente después de la dispersión del ácido sulfúrico y luego, por descenso de esta temperatura al nivel del orden de 70°C a la salida del aparato de dispersión, transformar rápidamente este precipitado en yeso por aumento de los cristales de yeso ya existentes hasta un tamaño de 800 a 1000  $\mu$  y más.

10.

15.

Este invento tiene finalmente por objeto cualquier instalación de producción del ácido fosfórico, equipada para la aplicación del procedimiento antes definido.

20.

El procedimiento y las instalaciones realizables de acuerdo con este invento, se describen a continuación haciendo referencia a los dibujos adjuntos, en los que,

la figura 1 es un diagrama que representa las curvas de solubilidad del yeso y del semi-hidrato (de sulfato de calcio) en el ácido fosfórico, en función de la concentración de éste,

25.

la fig. 2 es un diagrama que representa las curvas de equilibrio del yeso, del semi-hidrato y de

30.

322511



la anhídrita, en función de la temperatura y de la concentración del ácido fosfórico,

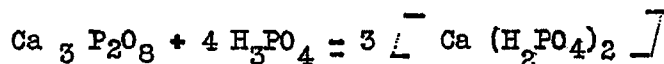
la fig. 3 es una vista de conjunto y esquemática de una instalación de acuerdo con este invento,

5. la fig. 4 es una variante de la fig. 3, y

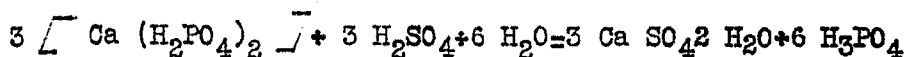
la fig. 5 es una vista en corte vertical de la parte inferior de un agitador dispersor de ácido sulfúrico, utilizable en la instalación de la fig. 4.

10. Las distintas fases de trabajo del procedimiento de acuerdo con este invento, son las siguientes:

La introducción en la pasta o lechada del fosfato natural mas o menos triturado, da lugar como es sabido a la reacción de base,



15. en una parte de la cual reacciona con el exceso de ácido sulfúrico en solución en el ácido fosfórico de la pasta o lechada, para dar la reacción,



20. Esta introducción del fosfato natural en el circuito de la pasta o lechada, puede preceder inmediatamente a la introducción de ácido sulfúrico o seguir inmediatamente a esta introducción. El modo de proceder depende de la mayor o menor reactividad del fosfato con la pasta o lechada, y depende por tanto de la naturaleza del fosfato y de la finura de trituración empleada.

25. Por la dispersión prácticamente perfecta del ácido sulfúrico, se suprime prácticamente la formación masiva de micro-precipitados y gérmenes de cristales indeseados. La formación limitada de gérmenes de cristales y microcristales, garantiza la obtención final de una

30.

322511



cristalización regular y de buena dimensión.

Las condiciones físico-químicas del conjunto del procedimiento de acuerdo con este invento, pueden regularse para asegurar la formación final de una pasta o lechada de ácido fosfórico y de cristales, bien de yeso, o bien de  $\alpha$ semi-hidrato o bien de anhidrita.

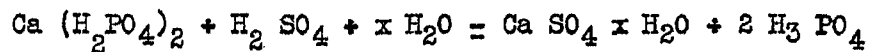
5.

A continuación se describirá especialmente pero no limitativamente el desarrollo del procedimiento en el caso de la formación de pasta o lechada de ácido fosfórico con cristales de yeso. Esta definición es transponible para la formación de pasta o lechada de ácido fosfórico con cristales de  $\alpha$ semi-hidrato o de anhidrita.

10.

El ácido sulfúrico inmediatamente dispersado da la reacción global siguiente con el fosfato monocálcico,

15.



El valor de  $x$  en la fórmula  $\text{Ca} \text{SO}_4 \cdot x \text{H}_2\text{O}$  varía aproximadamente de 1/2 a 2 en función de la temperatura resultante inmediatamente después de la dispersión del ácido sulfúrico más o menos concentrado, en la pasta o lechada.

20.

El coeficiente  $x$  tiende hacia 2 para las temperaturas mas bajas. Este coeficiente desciende progresivamente hacia 1/2 a medida que la temperatura de la pasta o lechada que contiene el ácido sulfúrico dispersado, asciende hacia la

25.

temperatura límite entre la zona de estabilidad del semi-hidrato y la zona de yeso, en las condiciones de funcionamiento aplicadas (ver fig. 2 en la que las curvas de línea continua se han establecido por Lehrecke y las de trazos discontinuos, por Sanfourche).

30.

En otros términos, una parte del sulfato de cal

322511



producido por la acción del ácido sulfúrico sobre la pasta o lechada, entra en solución en el ácido fosfórico de dicha pasta o lechada y participa inmediatamente al crecimiento de los cristales ya existentes. La

5. otra parte del sulfato de cal producido, da lugar a la formación de una mezcla de gérmenes de cristales de yeso y de un precipitado microscópico (dimensión inferior a 1 micrón) que verosímilmente es  $\beta$  semi-hidrato.

10. La proporción de yeso y de  $\beta$  semi-hidrato en el precipitado obtenido por la introducción de ácido sulfúrico en la pasta o lechada, es una función de las condiciones físico-químicas (temperatura de la mezcla, concentración en  $P_2O_5$  en el ácido fosfórico, concentración en  $H_2SO_4$  en el ácido fosfórico, naturaleza del fosfato, etc).

15. El fenómeno anterior puede representarse en ecuación del modo siguiente:

Si se designan por

20.  $Q_{\text{fosfato}}$  = calor de reacción horario desprendido por el ataque del fosfato por el circuito de pasta o lechada;
- $Q_{H_2SO_4}$  = calor de dilución y de reacción del ácido sulfúrico con el circuito de pasta o lechada (horario)
25.  $Q_{\text{pérdida}}$  = calor horario perdido por el conjunto de las reacciones
- $P_{\text{circuito}}$  = peso horario del circuito de pasta o lechada fosfórica
30.  $Cs_{\text{circuito}}$  = calor específico del circuito



T salida = temperatura límite entre el yeso y el semi-hidrato

70°C = temperatura de maduración de la pasta o lechada fosfórica,

5. la condición físico-química para obtener que  $\alpha$  tienda hacia 1/2 en el precipitado  $Ca SO_4 \cdot x H_2O$ , o sea conseguir la proporción máxima de  $\beta$  semi-hidrato (supuesto) es:

10. 
$$\frac{Q_{fosfato}}{P_{circuito}} + \frac{Q_{H_2SO_4}}{Cs_{circuito}} - Q_{pérdida} = (T_{salida} - 70^\circ C) \quad (A)$$

Se observará en lo anterior, que la proporción máxima de  $\beta$  semi-hidrato supuesto en el precipitado obtenido por la dispersión del ácido sulfúrico en la pasta o lechada, permite obtener el crecimiento máximo de los cristales de yeso de la pasta o lechada, al final.

15. La ecuación (A) indica que, en igualdad de todas las demás condiciones, la temperatura T salida está directamente ligada con el peso horario del circuito. Si este aumenta, la temperatura obtenida a la salida del dispersor de ácido sulfúrico en el circuito, disminuye la proporción de precipitado de  $\beta$  semi-hidrato supuesto, disminuye también, y ello tanto mas reducida es la temperatura obtenida.

20. De ello resulta que la formación de los cristales de yeso se favorece desde luego, por la dispersión inmediata y prácticamente perfecta del ácido sulfúrico en la pasta o lechada. Se ha visto anteriormente que esta dispersión permite suprimir los precipitados inoportunos de anhidrita, de semi-hidrato y reducir la formación de una cantidad demasiado elevada de gérmenes de

25.

30.



cristales de yeso así como de alimentar más regularmente los cristales de yeso ya existentes.

Esto constituye una mejora muy apreciable con respecto a los procedimientos existentes, en

5. el sentido de obtenerse una cristalización del yeso muy regular. Mientras que los procedimientos habituales permiten obtener en los mejores casos, cristales de yeso de 1 a 350 micrones, el procedimiento de acuerdo con este invento aplicado con una temperatura de
10. salida del aparato de dispersión de ácido sulfúrico, próxima a 70°C (no limitativa) permite obtener cristales de yeso que tienen, todos ellos, aproximadamente, de 200 a 350 micrones. Este resultado proporciona una gran mejora en la filtración de la pasta o lechada.
15. Si la temperatura alcanzada por la pasta o lechada, inmediatamente después de la dispersión del ácido sulfúrico, se regula para ser superior a 70°C, se procede al descenso de esta temperatura para llevarla al nivel del orden de 70°C a la salida del aparato de dispersión del ácido sulfúrico mas o menos con
20. centrado en el circuito. Así se evita:
  - a) Toda formación de  $\alpha$ semi-hidrato cristalizado que precisaría ulteriormente un tiempo de transformación en yeso, muy prolongado (10 a 36 horas);
  25. b) Toda alteración de los cristales de yeso ya existentes;
30. El circuito de pasta o lechada fosfórica, se lleva por tanto a las condiciones físico-químicas de existencia de yeso estable, o sea, muy cerca de 70°C en el caso de producción de ácido fosfórico



al 30-32% de  $P_2O_5$ . El precipitado microscópico (supuesto  $\beta$  semi-hidrato) se transforma muy rápidamente en yeso por crecimiento de los cristales ya existentes de yeso del circuito de pasta o lechada fosfórica, lo cual permite alcanzar dimensiones de cristales de yeso muy importantes, 800 a 1000 micrones, e incluso superiores.

Esta reducción brusca de la temperatura puede obtenerse por diferentes medios aisladamente o en combinación:

a) por mezcla rápida del circuito de pasta o lechada con las aguas de lavado de vuelta de la operación de separación del yeso de con el ácido fosfórico producido,

b) por mezcla rápida con una masa de pasta o lechada mantenida por un medio cualquiera a la temperatura de 70°C, por ejemplo por enfriamiento mediante aire o por enfriamiento en vacío disponiendo un circuito cerrado en la cuba a 70°C con paso de pasta o lechada de este segundo circuito cerrado a través de un refrigerador, en vacío.

c) por cualquier otro medio que lleva a cabo un descenso de temperatura.

Al final de la reacción, se procede a retirar del circuito de pasta o lechada una cantidad de pasta o lechada correspondiente a la producción de ácido fosfórico y de yeso y se manda a una cuba que constituye un volante de lechada en reserva para la operación de separación del yeso de con el ácido fosfórico.



Esta separación puede llevarse a cabo por filtración, tamizado, centrifugación o cualquier otro método susceptible de realizarla.

5. La puesta en práctica del procedimiento que acaba de exponerse, puede llevarse a cabo en una instalación tal como la representada en la fig. 3 de los dibujos adjuntos.

La nomenclatura de los distintos órganos de este esquema de instalación es la siguiente:

10.  $A_1$  a  $A_4$  - Agitadores  
 $C_1$  - Cuba de reacción del circuito de pasta o lechada con el fosfato.  
 $C_2$  y  $C_3$  - Cubas de cristalización del yeso  
 $C_4$  - Cuba de reserva de la pasta o lechada para la separación ulterior del yeso de con el ácido fosfórico producido,
15.  $C_5$  - Cuba de agua del pie de la columna del condensador M,  
 $D_1$  - Dispensador del  $H_2SO_4$  en el circuito de pasta o lechada,
20.  $B_1$  - Circuito principal de pasta o lechada fosfórica,  
 $B_2$  - Circuito secundario de pasta o lechada,  
TRC - Controlador regulador de la temperatura de  $B_1$  a la salida de  $D_1$ ,
25. TRCV - Compuerta de regulación del gasto o caudal de  $B_1$  en función de TRC,  
E - Refrigerador en vacío del circuito  $B_2$ ,  
M - Condensador por mezcla con el agua fría de los vapores de E,
30.  $P_1$  - Bombas de los circuitos  $B_1$  y  $B_2$ ,



- P<sub>2</sub> - Bomba de alimentación de pasta o lechada del dispositivo de separación del yeso de con el H<sub>3</sub> PO<sub>4</sub> producto,
  - P<sub>3</sub> - Bomba de vacío,
  - 5. R - Dispositivo de regulación del gasto de pasto o lechada producida,
  - A<sub>p</sub> - Alimentación de sulfato pesado
  - A<sub>s</sub> - Alimentación de ácido sulfúrico concentrado pesado.
  - 10. A<sub>L</sub> - Llegada de agua de lavado del yeso producto
  - V<sub>e</sub> - Ventilación de las cubas de reacción,
  - E<sub>B</sub> - Evacuación de la pasta o lechada producida hácia la separación del yeso.
- La disposición representada, no es limitativa;
- 15. por ejemplo, el departamento C<sub>1</sub> en que se realiza la dispersión del fosfato en la pasta o lechada, así como la reacción del fosfato con el ácido fosfórico de la pasta o lechada, según los casos, puede preceder o seguir al dispersador D<sub>1</sub> de ácido sulfúrico en la pasta o lechada.
  - 20. En el límite, el dispersador D<sub>1</sub> verdadero, puede utilizarse para dispersar el ácido sulfúrico en el circuito de pasta o lechada, y, también, dispersar el fosfato en el mismo circuito de pasta o lechada. En este caso, el departamento C<sub>1</sub> se suprime. El depósito que contiene el dispersador D<sub>1</sub> se transforma en un depó-
  - 25. sito de fondo lleno que vierte en el departamento C<sub>2</sub>. El circuito de pasta o lechada vierte entonces directamente en el depósito del dispersador D<sub>1</sub>. El fosfato triturado se manda también al depósito del dispersador D<sub>1</sub> que ase-
  - 30. gura un batido enérgico del fosfato con el circuito de



pasta o lechada. El ácido sulfúrico se introduce siempre por el árbol del dispersador y se distribuye por el extremo de las paletas, en el circuito, como va a describirse.

5. El batido del fosfato en el circuito de pasta o lechada, ha de ser muy eficaz para evitar, por el hecho de las reacciones de base anteriores, los excesos locales de iones calcio que provocarían la formación de un número demasiado grande de gérmenes de cristales de yeso, en lugar de engrosar los cristales ya existentes.

10. La introducción de ácido sulfúrico, tal como se indicó, ha de llevarse a cabo de tal como que se obtenga una dispersión inmediata prácticamente perfecta del ácido sulfúrico mas o menos concentrado, en la pasta o lechada fosfórica.

15. En la instalación tal como se representa en la fig. 3, el ácido sulfúrico concentrado se dispersa mecánicamente, por medio de un agitador especial  $D_1$ , en la pasta o lechada. El ácido sulfúrico atraviesa el interior hueco del árbol de este agitador y, por conductos distintos, se lleva a orificios de salida situados frente de las paletas de agitación. El dispositivo adoptado asegura una dispersión del ácido sulfúrico mas o menos concentrado, en forma de láminas distintas y muy delgadas (algunos micrones de espesor) de una velocidad muy elevada. Las paletas de agitación del dispersor  $D_1$  dividen simultáneamente la pasta o lechada en láminas igualmente muy rápidas.

20. Las láminas de pasta o lechada y de ácido sulfúrico explotan rápidamente contra las paredes del depósito que contiene la dispersión  $D_1$ .

25. 30.



Puede utilizarse cualquier otro medio de dispersión inmediata prácticamente perfecta del ácido sulfúrico en la pasta o lechada fosfórica, a condición de que reúna las condiciones exigidas por el procedimiento.

5. En la instalación de la fig. 3, el fosfato pesado se introduce en la cuba  $C_1$  en la que se mezcla íntimamente con el caudal  $B_1$  del circuito de pasta o lechada, mediante el agitador  $A_1$ . La pasta o lechada fosfórica que ha reaccionado con el fosfato, pasa inmediatamente al dispersión  $B_1$  de ácido sulfúrico, mas o menos concentrado, en el caudal de pasta o lechada.

10. A la salida de  $D_1$ , la temperatura se mide y se transmite a TRC para control y regulación de las condiciones físico-químicas de la reacción. Este TRC ha recibido previamente la temperatura de consigna a respetar; según que la temperatura medida sea ligeramente inferior o superior a la temperatura consigna, el TRC transmitirá a la compuerta o registro TRCV, de regulación del circuito de pasta o lechada en función de la temperatura, una impulsión que modifica el caudal en el sentido conveniente para llevar la temperatura medida al valor solicitado por consigna en el TRC (valor determinado según el diagrama de la fig. 2).

15. La pasta o lechada fosfórica que sale de  $D_1$  se enfría pues, por su mezcla con las aguas de lavado y la masa de pasta o lechada contenida en  $C_2$  y  $C_3$ .

20. La agitación se asegura por  $A_2$  y  $A_3$ . La bomba  $P_1$  en  $C_3$  asegura los dos circuitos  $B_1$  y  $B_2$ . El circuito cerrado secundario  $B_2$  asegura la constancia de la temperatura de la pasta o lechada fosfórica contenida en  $C_2$  y

30.

322511



$C_3$  por paso en el refrigerador en vacío E que provoca una caída de temperatura de  $B_2$  suficiente para compensar la introducción de calorías realizada por  $B_1$  en el momento de su ingreso en la cuba  $C_2$ . El vapor de agua que sale de E se condensa en el condensador por mezcla M. El agua del condensador M se recibe en el depósito de pie de columna barométrica y se evacua a la alcantarilla. El vacío necesario para, la vaporización en vacío, se consigue por una bomba de vacío  $F_3$ .

5.

10.

El rebosadero del conjunto  $C_1, C_2, C_3, E$ , o sea la nueva pasta o lechada fosfórica pasa a  $C_4$ . La agitación en  $C_4$  se mantiene por  $A_4$ . La bomba  $F_2$  manda la pasta o lechada a R que regula el suministro de pasta o lechada al valor de la producción hacia la instalación de separación del ácido fosfórico producido del yeso. Las aguas de lavado del yeso se devuelven hacia el conjunto de reacción  $C_1, C_2, C_3, E$ .

15.

A continuación figura un ejemplo numérico de producción del ácido fosfórico en el cuadro de este invento:

20.

Fosfato Maroc 75 BPL al 34% de  $P_2O_5$

Acido sulfúrico al 98% de  $H_2SO_4$

Peso de fosfato horario empleado	9,5 kg
----------------------------------	--------

Peso de $H_2SO_4$ al 98% horario empleado	8,9 kg
---	--------

25.

Caudal del circuito primario de pasta

o lechada $B_1$	=	190 kg/hora
-----------------	---	-------------

Temperatura de salida del dispensador  $D_1$

de ácido sulfúrico,	88°C
---------------------	------

Temperatura de cristalización del yeso

30.

en $C_2, C_3$	= 70-72°C
---------------	-----------



Temperatura de la pasta o lechada en  $C_4 = 69-70^{\circ}C$

Acido fosfórico producido: 32%  $P_2O_5$  2,5%  $H_2SO_4$

Cristales de yeso de 800 a 1000  $\mu$  en forma de rombo  
(filtración excelente)

- 5. Rendimiento global de producción de  $P_2O_5$ : 98,5% con 0,1% de pérdida en el lavado del yeso.

En la fig. 4, se representa otro ejemplo de instalación para la aplicación del procedimiento de acuerdo con este invento; esta variante de la instalación se aplica especialmente en el caso de que el fosfato utilizado sea muy reactivo. Se caracteriza por disponerse una cuba única para la introducción del fosfato, y la dispersión del ácido sulfúrico concentrado y del jugo de lavado de la torta de yeso se recoge durante la separación del ácido fosfórico obtenido.

10.

15.

Con preferencia, el ácido sulfúrico mas o menos concentrado y el líquido de lavado se dispersan separadamente en la cuba, pero por orificios o hendiduras estrechas y adyacentes del aparato de dispersión.

20.

La regulación de la temperatura en la cuba puede obtenerse como anteriormente, por autorregulación del caudal de la pasta o lechada en el circuito cerrado, pero puede obtenerse también por insuflación autorregulada de aire a presión, en la capa superior de la pasta o lechada de la cuba.

25.

De acuerdo con la figura 4, la instalación se compone, en principio, de tres cubas:

- cuba de reacción 6 a la que se introduce el fosfato y se realiza la dispersión del ácido sulfúrico y del líquido de lavado;

30.



- cuba de estabilización dividida en dos departamentos 8 y 9;

- cuba de reserva para la filtración 10.

5. La recirculación de pasta o lechada fosfórica, se asegura por la bomba 14 en el departamento 9. La bomba 14 descarga en un refrigerador en vacío 15. El vacío se asegura por una bomba de vacío 18 y un condensador por mezcla con agua fría 16. El agua caliente que sale del condensador se evacua por una columna barométrica y un depósito de pie de columna 17 hacia la alcantarilla. La pasta o lechada que sale del refrigerador en vacío, se divide en dos partes desiguales después de su paso a un depósito de pie de columna barométrica 19.

15. Una parte del caudal de pasta o lechada sirve para regularizar la temperatura en la cuba de reacción 6. Este caudal se regula automáticamente por un termómetro de toma de temperatura 7, que transmite la indicación a un regulador automático de temperatura 37, que abre o cierra la compuerta reguladora de caudal de pasta o lechada 20, con objeto de mantener una temperatura constante en la cuba de reacción 6.

25. La reacción se realiza en la cuba 6, que recibe:
- el caudal de pasta o lechada, regulador de temperatura (referencia a en la fig.),
  - el fosfato de Marruecos 82PL triturado con un 20% de desecho en el tamiz 100 Tyler y pesado (referencia b),
  - el ácido sulfúrico a 98% (referencia g) o menos concentrado,
  - los líquidos de lavado de la torta de yeso en el
30. filtro (referencia d).



Los líquidos c y d se introducen mediante el agitador dispersor 5 que gira a gran velocidad (350 rpm).

- El agitador dispersador 5 está construido de tal modo que los dos líquidos c y d se dirigen, por conductos separados, a través del árbol y del núcleo de la turbina de agitación, cerca del extremo de las cuatro paletas agitadoras. Estos líquidos se distribuyen por hendiduras delgadas y paralelas, en la masa de pasta o lechada animada también de una gran velocidad por las paletas de agitación. Se disponen por tanto cuatro grupos de dos hendiduras delgadas, (una hendidura para c y otra para d) en inmediata proximidad al extremo de cada una de las cuatro paletas agitadoras. La posición y la forma de las hendiduras de distribución, han de estudiarse cuidadosamente desde el punto de vista hidráulico, para asegurar la dispersión prácticamente perfecta de los líquidos c y d en la masa de pasta o lechada.
5. de tal modo que los dos líquidos c y d se dirigen, por conductos separados, a través del árbol y del núcleo de la turbina de agitación, cerca del extremo de las cuatro paletas agitadoras. Estos líquidos se distribuyen por hendiduras delgadas y paralelas, en la masa de pasta o lechada animada también de una gran velocidad por las paletas de agitación. Se disponen por tanto cuatro grupos de dos hendiduras delgadas, (una hendidura para c y otra para d) en inmediata proximidad al extremo de cada una de las cuatro paletas agitadoras. La posición y la forma de las hendiduras de distribución, han de estudiarse cuidadosamente desde el punto de vista hidráulico, para asegurar la dispersión prácticamente perfecta de los líquidos c y d en la masa de pasta o lechada.
10. de tal modo que los dos líquidos c y d se dirigen, por conductos separados, a través del árbol y del núcleo de la turbina de agitación, cerca del extremo de las cuatro paletas agitadoras. Estos líquidos se distribuyen por hendiduras delgadas y paralelas, en la masa de pasta o lechada animada también de una gran velocidad por las paletas de agitación. Se disponen por tanto cuatro grupos de dos hendiduras delgadas, (una hendidura para c y otra para d) en inmediata proximidad al extremo de cada una de las cuatro paletas agitadoras. La posición y la forma de las hendiduras de distribución, han de estudiarse cuidadosamente desde el punto de vista hidráulico, para asegurar la dispersión prácticamente perfecta de los líquidos c y d en la masa de pasta o lechada.
15. de tal modo que los dos líquidos c y d se dirigen, por conductos separados, a través del árbol y del núcleo de la turbina de agitación, cerca del extremo de las cuatro paletas agitadoras. Estos líquidos se distribuyen por hendiduras delgadas y paralelas, en la masa de pasta o lechada animada también de una gran velocidad por las paletas de agitación. Se disponen por tanto cuatro grupos de dos hendiduras delgadas, (una hendidura para c y otra para d) en inmediata proximidad al extremo de cada una de las cuatro paletas agitadoras. La posición y la forma de las hendiduras de distribución, han de estudiarse cuidadosamente desde el punto de vista hidráulico, para asegurar la dispersión prácticamente perfecta de los líquidos c y d en la masa de pasta o lechada.

- La razón de la introducción simultánea de los líquidos de lavado de la torta de yeso en el filtro, por una hendidura paralela y muy próxima a la introducción del ácido sulfúrico, es el mejorar mas aún la dispersión del ácido sulfúrico que, en realidad es un líquido bastante viscoso. La mezcla inmediata y en láminas delgadas de los líquidos c y d a la salida de las hendiduras, se realiza a velocidad muy grande (12 metros/segundo). Es más fácil ya que el líquido d es muy flúido y no contiene partículas sólidas como la pasta o lechada fosfórica. La mezcla a velocidad muy grande (12 m/s) de la mezcla de c y d con la pasta o lechada, se realiza in-
20. La razón de la introducción simultánea de los líquidos de lavado de la torta de yeso en el filtro, por una hendidura paralela y muy próxima a la introducción del ácido sulfúrico, es el mejorar mas aún la dispersión del ácido sulfúrico que, en realidad es un líquido bastante viscoso. La mezcla inmediata y en láminas delgadas de los líquidos c y d a la salida de las hendiduras, se realiza a velocidad muy grande (12 metros/segundo). Es más fácil ya que el líquido d es muy flúido y no contiene partículas sólidas como la pasta o lechada fosfórica. La mezcla a velocidad muy grande (12 m/s) de la mezcla de c y d con la pasta o lechada, se realiza in-
25. La razón de la introducción simultánea de los líquidos de lavado de la torta de yeso en el filtro, por una hendidura paralela y muy próxima a la introducción del ácido sulfúrico, es el mejorar mas aún la dispersión del ácido sulfúrico que, en realidad es un líquido bastante viscoso. La mezcla inmediata y en láminas delgadas de los líquidos c y d a la salida de las hendiduras, se realiza a velocidad muy grande (12 metros/segundo). Es más fácil ya que el líquido d es muy flúido y no contiene partículas sólidas como la pasta o lechada fosfórica. La mezcla a velocidad muy grande (12 m/s) de la mezcla de c y d con la pasta o lechada, se realiza in-
30. La razón de la introducción simultánea de los líquidos de lavado de la torta de yeso en el filtro, por una hendidura paralela y muy próxima a la introducción del ácido sulfúrico, es el mejorar mas aún la dispersión del ácido sulfúrico que, en realidad es un líquido bastante viscoso. La mezcla inmediata y en láminas delgadas de los líquidos c y d a la salida de las hendiduras, se realiza a velocidad muy grande (12 metros/segundo). Es más fácil ya que el líquido d es muy flúido y no contiene partículas sólidas como la pasta o lechada fosfórica. La mezcla a velocidad muy grande (12 m/s) de la mezcla de c y d con la pasta o lechada, se realiza in-



mediatamente y de modo mas fácil, por el hecho de la gran fluidez de la mezcla de c y d.

- La fig. 5 representa, en corte parcial, un ejemplo de realización del agitador dispersor; el
5. árbol 50 del agitador es hueco y está dividido en dos conductos concéntricos 51 y 52, por la pared tubular 53; en su extremo inferior, el árbol lleva un núcleo hueco que sostiene paletas agitadoras 60. El núcleo hueco está constituido por dos troncos de cono opuestos por su base 57 y separados por ésta; el tronco de cono superior 54 comunica libremente con el conducto 51, y el líquido conducido por éste se impulsa hacia las hendiduras 58 por las paletas internas 55 del tronco de cono 54; el tronco de cono inferior 61, está en comunicación
10. directa con el conducto 52, por los orificios 62; el líquido que llega por 52 se impulsa hacia las hendiduras 59, por las paletas internas 56 del tronco de cono 61.
- 15.

- El ácido sulfúrico puede llegar indistintamente por el conducto 51 o el conducto 52; el otro conducto se utiliza para el líquido de lavado. Las formas del núcleo y de las hendiduras de las dispersiones 58 y 59, son tales que los chorros de líquidos se mezclan inmediata y perfectamente a su salida y antes del contacto con la pasta o lechada fosfórica.
- 20.

- Claro está que podría utilizarse cualquier otro aparato de dispersión, a condición de llevar a cabo una dispersión perfecta en filetes delgados y contiguos del ácido sulfúrico y del líquido de lavado. El agitador y el aparato de dispersión podrían estar constituidos igualmente por dos aparatos separados, pero dispues-
- 25.
- 30.

322511-1 FEB 1941



tos de modo tal que cooperarán ambos para la obtención del resultado deseado; dispersión perfecta del ácido sulfúrico en la pasta o lechada.

5. El agitador de dispersión 5, de la instalación de acuerdo con la figura 4, puede dotarse de una turbina superior o de paletas, con objeto de asegurar, si es preciso, una agitación superficial a fin de obtener una impregnación rápida del fosfato. La posición en altura de esta turbina, puede ser regulable.
10. La cuba de reacción 6 está dotada de una chimenea 36 para evitar todo paso directo del fosfato de la cuba 6 hacia la cuba 8.
15. La regulación de temperatura en la cuba 6, puede obtenerse también por insuflación de aire bajo presión en la capa superior de pasta o lechada. En este caso, el regulador de temperatura actúa directamente sobre el volumen de aire insuflado, y la compuerta o registro de regulación 20 es sencillamente un registro que actúa sobre el caudal de aire. En este caso particular, es posible trabajar sin re-circulación de pasta o lechada procedente de la cuba 9.
20. La reacción se termina prácticamente a la salida de la cuba 6. La pasta o lechada que penetra en la cuba 8 se enfría a la temperatura de filtración (unos 70°C) por la llegada continua de la pasta o lechada que desciende del refrigerador en vacío 15, pasando por 19. La refrigeración de la pasta o lechada que sale de la cuba 6, puede obtenerse también por insuflación de aire en la cuba superior de la pasta o lechada de la cuba 8.
25. Las cubas 8 a 10 tienen agitadores de turbina o
- 30.



helicoidales 11 a 13, para asegurar una buena homogeneidad en las cubas.

5. La nueva pasta o lechada obtenida, pasa desde 9 a la cuba 10, antes de dirigirse a la instalación de filtración 24.

10. Las cubas 6, 8, 9 y 10, se mantienen sometidas a una ligera depresión, para asegurar la salubridad de la instalación. Los gases recogidos en las cubas, se lavan en una cámara de lavado 34, y luego se impulsan a la atmósfera, por un ventilador 35.

La bomba 21 envía la pasta o lechada a filtrar, a un depósito de nivel constante 22, cuyo rebosadero se dirige a la cuba 10.

15. El caudal de pasta o lechada obtenida se dirige a la instalación de filtración, por la compuerta 23 y un contador de gasto, auto-regulador de caudal, 39 y 40. La torta de yeso se filtra y se lava antes de dirigirse a 26. El agua de lavado 25 permite obtener una torta de yeso exenta de ácido fosfórico.

20. El ácido fosfórico producido, se recoge en el depósito 31.

25. Los líquidos de lavado resultantes del lavado de la torta de yeso, se recogen en 29 y se mandan por la bomba 30 a d, después de haber experimentado la regulación de caudal del aparato 32, que regula el caudal que pasa por la compuerta o registro 33, y del dispositivo auto-regulador 38.

30. Con una instalación tal como la que acaba de describirse, y utilizando un fosfato de Marruecos muy reactivo (83 BPL) a razón de 4 toneladas/hora con ácido

322511



sulfúrico al 98%, se han obtenido los resultados siguientes,

- producción de ácido fosfórico al 32% de  $P_2O_5$   
1410 kg de  $P_2O_5$ /hora
- rendimiento en  $P_2O_5$   
$$\frac{P_2O_5 \text{ ácido recuperado}}{\text{P}_2\text{O}_5 \text{ fosfato}} = 98\%$$

- 5.  $P_2O_5$  fosfato
    - cristales de yeso obtenidos 600 micrones de largo  
150 micrones de ancho
- lo cual es sólomente un ejemplo destinado a indicar que el tamaño obtenido para los cristales de yeso, facilita su separación.
- 10.

NOTA

- 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 corresponde a una solicitud de patente presentada en Francia con fecha y número siguientes: 2 de febrero de 1965, PV.4160, y 3 de septiembre de 1965, PV 30.372, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y 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 producción de ácido fosfórico por vía húmeda"; caracterizándose por lo siguiente:
- 15.
  - 20.
  - 25.

- 1.- Procedimiento para la producción de ácido fosfórico por vía húmeda, partiendo de una lechada fosfórica que circula en circuito cerrado y a la que se añade el fosfato natural, mas o menos triturado, y ácido
- 30.



1966i

sulfúrico mas o menos concentrado, caracterizado porque el ácido sulfúrico se dispersa a gran velocidad en la lechada, en láminas separadas y muy delgadas.

5. 2.- Procedimiento, según reivindicación 1, caracterizado porque las condiciones físico-químicas de la reacción (temperaturas, caudal horario del circuito de lechada, etc.), se regulan para dar lugar a la formación de yeso, de  $\alpha$  semi-hidrato, o de anhidrita.

10. 3.- Procedimiento, según reivindicación 2, caracterizado porque la temperatura alcanzada por la lechada, inmediatamente después de la dispersión del ácido sulfúrico, se regula a unos 70°C para obtener la formación de cristales de yeso de un tamaño comprendido entre 200 y 350 micrones.

15. 4.- Procedimiento según reivindicación 2, caracterizado porque la temperatura alcanzada por la lechada, inmediatamente después de la dispersión del ácido sulfúrico, se regula por encima de 70°C aproximadamente, para obtener la formación de un precipitado microscópico  
20. (probablemente del  $\beta$  semi-hidrato inestable) y luego la temperatura se reduce bruscamente a un nivel del orden de 70°C a la salida de la cuba en la que se ha realizado la dispersión, para transformar rápidamente este precipitado en yeso por aumento de los cristales de yeso ya existentes, a un tamaño de 800 a 1000 micrones, y superior.  
25.

30. 5.- Procedimiento según reivindicación 2, caracterizado porque el fosfato natural se introduce, el ácido sulfúrico mas o menos concentrado y el líquido de lavado del yeso se dispersan simultáneamente uno cerca de otro, en una cuba única, y la temperatura alcanzada inme-



diatamente después de esta dispersión, se regula para obtener la formación de cristales de yeso de un tamaño del orden de 600 micrones.

5. 6.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque se dispone una sucesión de cubas en las que se realizan las reacciones iniciales, la maduración de la lechada que sale de las reacciones, la reserva de lechada para la separación del ácido fosfórico del yeso (o del semi-  
10. -hidrato o de la anhidrita), con canalizaciones de unión entre cubas de maduración y cubas de reacción, para asegurar electrónicamente por compuerta, el control y la regulación de la temperatura de las reacciones.

15. 7.- Procedimiento según reivindicación 6, caracterizado porque la cuba en la que se realizan las reacciones iniciales se divide en departamentos; un primer departamento en el que a la lechada se le añade fosfato natural, y un segundo departamento en el que se lleva a cabo la dispersión del ácido sulfúrico; los  
20. dos departamentos comunican, simultáneamente o no, con los líquidos de lavado de los cristales.

25. 8.- Procedimiento según reivindicación 6, caracterizado porque se dispone una cuba única para la introducción del fosfato natural y la dispersión del ácido sulfúrico, simultáneamente o no, con los líquidos de lavado de los cristales.

30. 9.- Procedimiento según reivindicación 8, caracterizado porque el aparato de dispersión tiene orificios o hendiduras delgadas y adyacentes para la dispersión simultánea del ácido sulfúrico y del líquido de

32251



lavado del yeso, (o (semi-hidrato o anhídrita) para asegurar su mezcla perfecta en el momento de contacto con la lechada.

5. 10.- Procedimiento según reivindicación 9, caracterizado porque el aparato de dispersión es, a la vez, el agitador de la lechada con el fosfato natural, en la cuba.

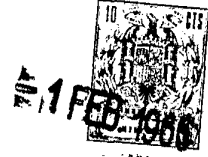
10. 11.-Procedimiento según reivindicación 10, caracterizado porque el árbol y el núcleo del agitador de la cuba, son huecos, y contienen conductos separados para dirigir separadamente, a la salida del núcleo, el ácido sulfúrico y el líquido de lavado que se dispersan simultáneamente en la lechada, por hendiduras delgadas de la periferia del núcleo.

15. 12.- Procedimiento según reivindicación 11, caracterizado porque el núcleo está situado en el extremo inferior del agitador, y en la región de las capas de lechada situadas por encima de la zona de dispersión del ácido sulfúrico y del líquido de lavado; el agitador 20. lleva paletas para el batido enérgico del fosfato natural con la lechada.

13.- Procedimiento según reivindicación 12, caracterizado porque el nivel, en altura, de las paletas de batido, es regulable.

25. 14.- Procedimiento según reivindicación 6, caracterizado porque por lo menos las cubas de reacciones y de maduración, forman un conjunto cerrado, y la regulación de la temperatura se completa o se obtiene integralmente por insuflación de aire comprimido al interior de este conjunto, hacia las capas superiores de 30.

322511



lechada.

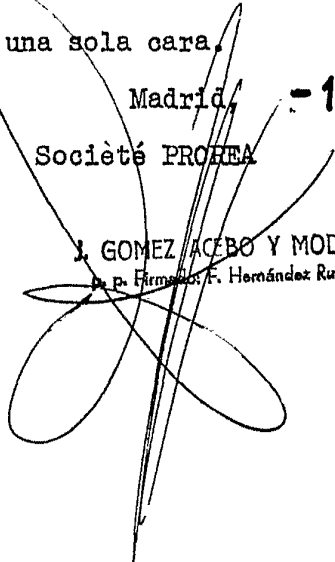
- 15.- Procedimiento para la producción de ácido fosfórico por vía húmeda; tal y como queda descrito sustancialmente en la presente Memoria, e ilustrado en los dibujos adjuntos.
- 5.

Esta Memoria consta de 27 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,  
Société PROTEA

- 1 FEB. 1966

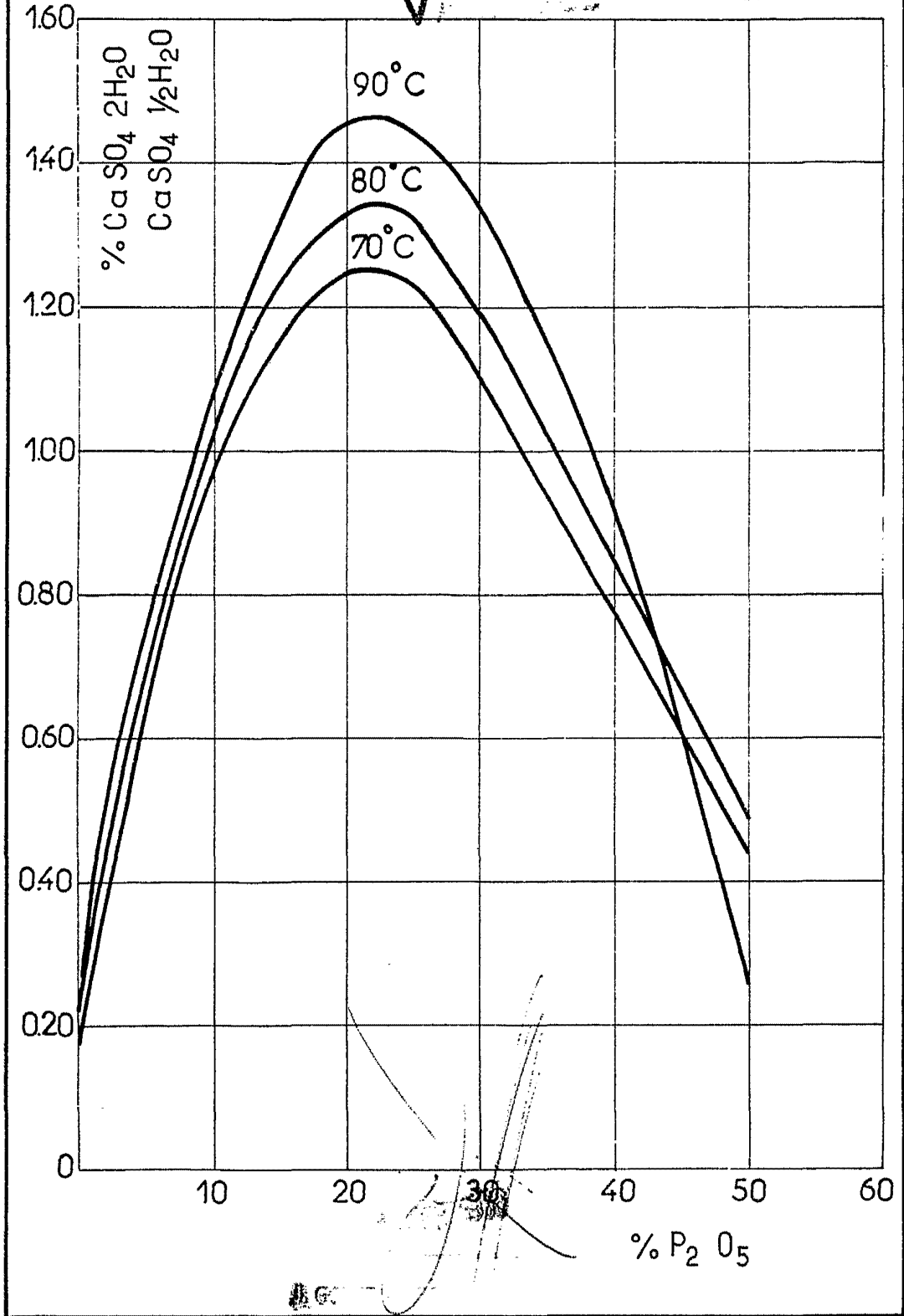
J. GOMEZ ACEBO Y MODEI  
A. P. Firmado: F. Hernández Ruiz



322511

FIG. 1

ESCALA  
VARIABLE  
91 FEB. 1968



ESCALA  
VARIABLE = 1  
FEB. 1938

322511

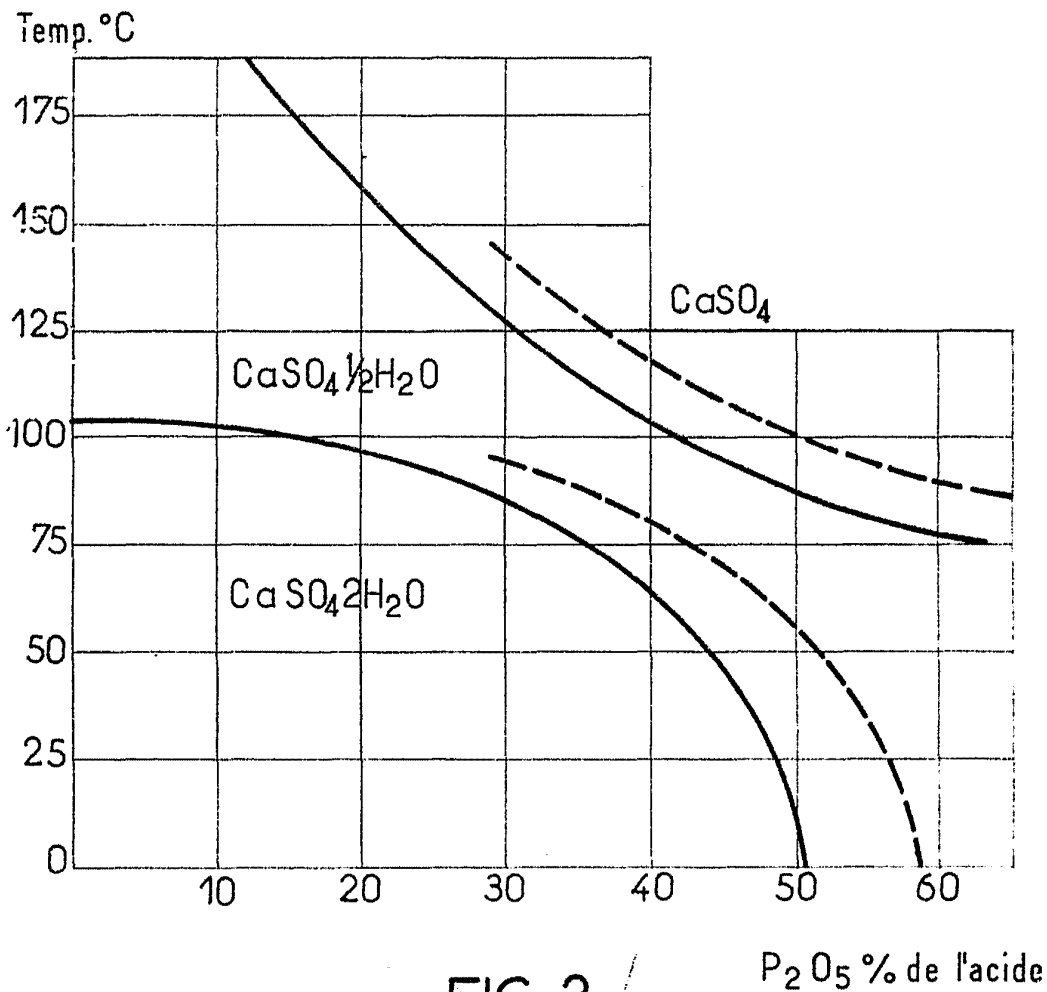
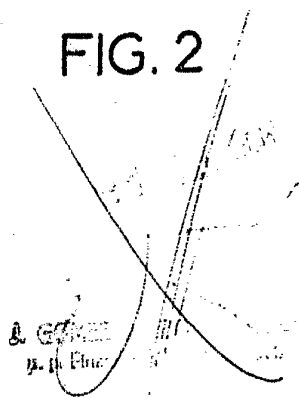


FIG. 2

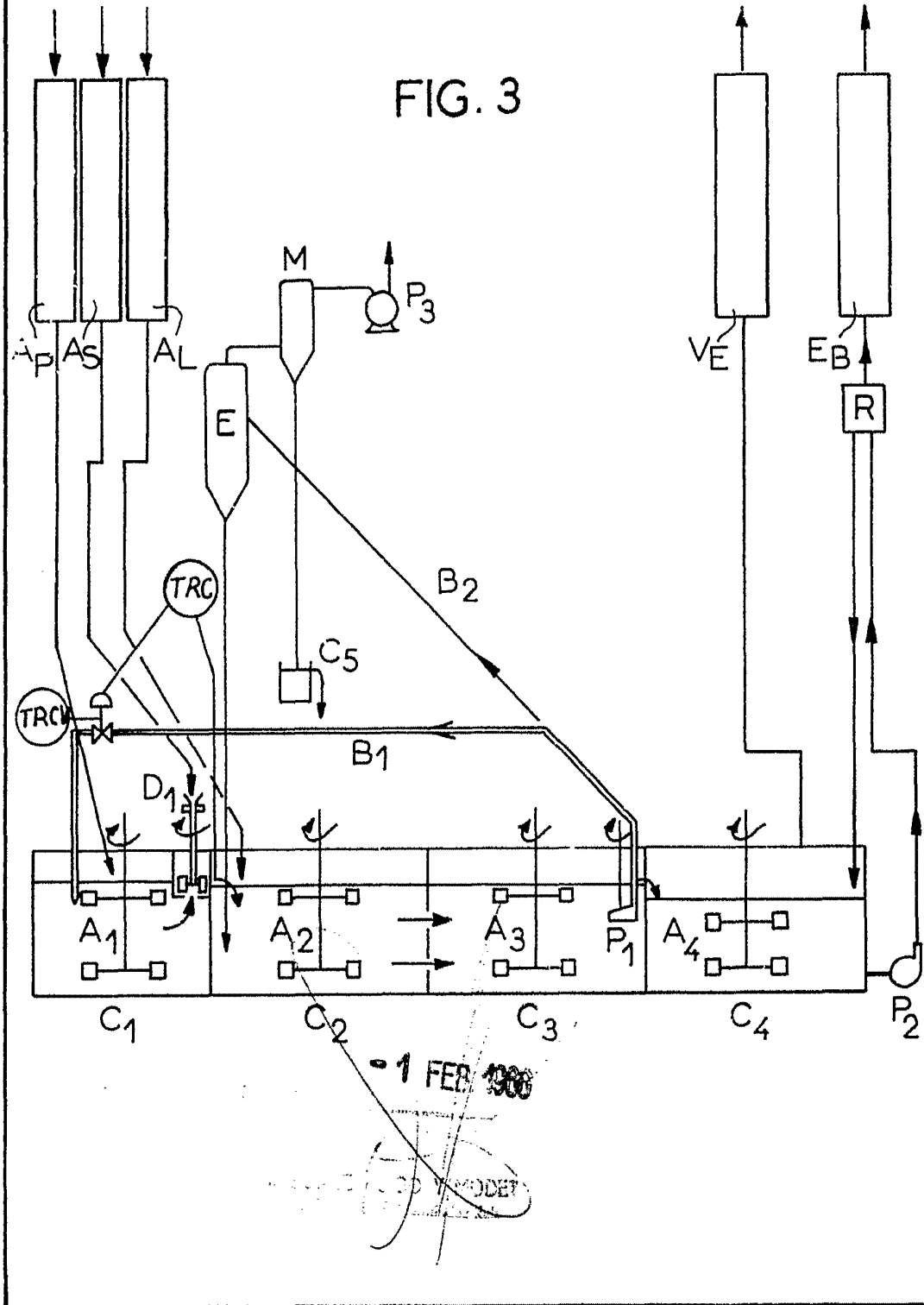


B. GÖTTSCHEW  
D. H. FINE

322511  
ESCALA  
1/100

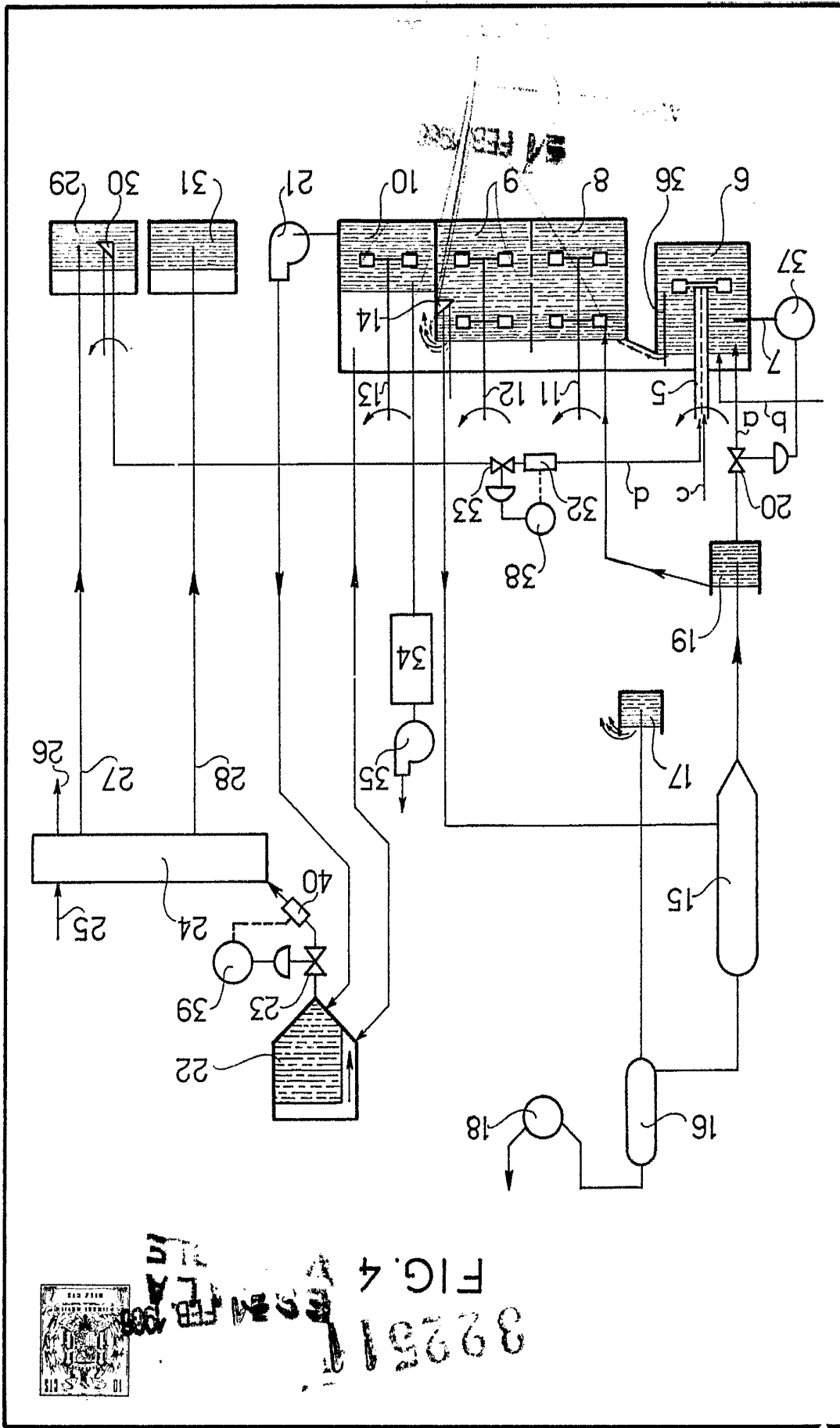


FIG. 3



-1 FEB 1960

PROJET



82251  
 FIG. 4  
 54 FEB 1954

