

329408



2

M E M O R I A D E S C R I P T I V A

PARA UNA PATENTE DE INVENCION POR VEINTE AÑOS EN ESPAÑA A FAVOR  
DE SWIFT & COMPANY, DE NACIONALIDAD NORTEAMERICANA, DOMICILIADA  
EN CHICAGO, ILLINOIS (EE. UU.) 115 WEST JACKSON BOULEVARD

s o b r e :

" PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE POLIFOSFATO AMONICO "

= . = . = . = . =

La presente invención se refiere generalmente a la produc-  
ción de abonos de elevado grado, dotados de propiedades de  
auto-separación. Más específicamente esta invención se refiere  
a un proceso nuevo de producción de polifosfato amónico, dotado  
de la facultad, cuando se disuelve en sistemas acuosos, de  
5 solubilizar o separar las impurezas de ión metal presentes en  
el ácido fosfórico de proceso húmedo. La invención también se  
refiere a la producción de fertilizantes líquidos que no forman  
precipitados gelatinosos cuando se almacenan durante periodos  
10 de tiempo considerables.

El ácido fosfórico de proceso húmedo es tal vez la fuente  
más barata de fósforos utilizada en abonos sólidos y líquidos



de elevado análisis. El método de proceso húmedo para la producción de ácido fosfórico comprende la acidulación de roca de fosfato con un ácido inorgánico, tal como el ácido sulfúrico. La roca de fosfato es molida y previamente mezclada con ácido fosfórico débil para formar una mezcla pastosa. La mezcla pastosa se introduce en un reactor, se añade ácido sulfúrico, agitando el sistema completo y enfriándolo. La mezcla pastosa se bombea sobre filtros, donde el ácido fosfórico de 25-33%  $P_2O_5$  se separa del precipitado de sulfato cálcico que se ha formado. La costra de filtro de sulfato cálcico se eleva con ácido fosfórico diluido que, juntamente con parte del filtrado, es devuelto a la cabeza del sistema para utilizar en la previa formación de mezcla pastosa con la roca de fosfato molida. El sulfato cálcico se lava posteriormente con agua limpia, quedando ya disponible.

La roca de fosfato contiene varias cantidades de impurezas. La llamada roca de Florida contiene cantidades relativamente grandes de hierro, generalmente en forma de óxido de hierro o sus hidratos, así como aluminio y otras sales metálicas y óxidos. Con frecuencia la roca de fosfato contendrá hierro en una cantidad de hasta un 3% por peso, en forma de  $Fe_2O_3$ . Las impurezas totales pueden comprender 15-25% por peso de la roca. Cuando la roca de fosfato es cocida con ácido sulfúrico conforme a lo dicho anteriormente, los compuestos de hierro, así como otras impurezas quedan finamente divididos y, siempre que el ácido esté sin saturar respecto a las impurezas, se incorporan fácilmente a la solución. Por ejemplo, en condiciones normales, es decir, alrededor de una concentración de 25-33%  $P_2O_5$ , aproximadamente el 90-95% del hierro presente se incorporará a la solución de ácido fosfórico.

Este ácido fosfórico (25-33%  $P_2O_5$ ) se evapora entonces y



se concentra hasta aproximadamente el 54%  $P_2O_5$ . Durante la concentración, muchas de las impurezas en el ácido, que están en solución en el ácido de concentración inferior, acaban en concentraciones de saturación en exceso en el ácido de concentración superior. Estas impurezas que precipitan pueden ser eliminadas de la solución de ácido fosfórico mediante varios medios de clarificación. Las impurezas, principalmente compuestos de aluminio y hierro en el ácido fosfórico después de la eliminación de sólidos insolubles, presentan problemas cuando el ácido fosfórico está combinado con amonio en solución acuosa.

En la fabricación de abono líquido con ácido fosfórico de proceso húmedo, el amoníaco libre se añade generalmente hasta un 1,5 a 1,8 de proporción de moléculas de  $NH_3$  a  $H_3PO_4$ , para producir una solución considerablemente neutral, y hacer una base de alimento vegetal líquido de una proporción de 1 a 3% N a%  $P_2O_5$ , tal como 8-24-0. Si se requiere potasa, también sales de potasa pueden disolverse en la solución. Si hace falta mas nitrógeno, pueden disolverse en la solución sales adicionales de nitrógeno tales como nitrato amónico de urea.

Impurezas tales como aluminio y hierro disueltos pueden originar perturbaciones con soluciones acuosas de fertilizantes solubles en agua, inorgánicos, mezclados, preparados mediante neutralización del ácido fosfórico con reactivos alcalinos solubles en agua, tales como amonio, hidróxido de amonio, hidróxido potásico etc. juntamente con otros ingredientes tales como nitratos y cloruros. Durante la neutralización del ácido que contiene impurezas disueltas, la precipitación de impurezas como de lodo, tales como sales de aluminio y hierro que son insolubles en soluciones casi neutras, es completamente acusada, siendo estos depósitos los que se depositan y dificultan el equipo de distribución y traspaso.



Una solución al problema consiste en neutralizar ácido fosfórico de proceso húmedo en solución que permita a las impurezas precipitarse, filtrando a continuación o centrifugando el precipitado hasta obtener una solución clara. Esto resulta muy difícil y costoso debido a que el precipitado está finamente dividido y gelatinoso, lo que hace el filtrado casi imposible.

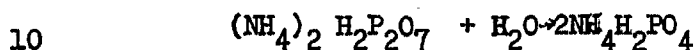
Se observará que la purificación de soluciones neutras con ácido fosfórico de proceso húmedo, da como resultado la eliminación de fósforos tales como fosfato de hierro, así como la eliminación de otras impurezas que de por sí constituyen también alimentos nutritivos vegetales. Estos métodos son complejos y costosos, no habiendo sido aceptados en gran escala en la industria de fertilizadores. Los fosfatos amónicos solubles y líquidos tienen la ventaja sobre la forma de fosfatos amonio sólidos de su facilidad de aplicación en terrenos sembrados, estando en aumento su popularidad. Es esencial que estas soluciones estén sustancialmente libres de sólidos insolubles para permitir aplicación práctica.

Ensayos previos para obtener soluciones acuosas no gelatinosas de fosfato amónico sustancialmente libre de sólidos insolubles se han dirigido por lo general a métodos utilizando ácido superfosfórico. El ácido superfosfórico se hace mediante evaporación ulterior de 54%  $P_2O_5$  ácido fosfórico, hasta un 70%  $P_2O_5$ . El ácido superfosfórico, conteniendo un gran porcentaje de su fosfato en forma no orto, de la que una gran cantidad es de forma piro, puede ser neutralizado con amonio en soluciones acuosas, sin el precipitado de impurezas de ión metal. No obstante, el ácido superfosfórico es un producto químico de considerable valor, ya que se han de evaporar considerables cantidades de agua combinada molecular y libremente, del ácido fosfórico normal. Además, cuando el ácido superfosfórico reacciona con amonio, la reacción es



completamente exotérmica, debiendo eliminarse el calor del sistema.

La deshidratación molecular del ácido fosfórico de proceso húmedo origina ácido superfosfórico, teniendo cierta cantidad de fosfato no orto conveniente. Al hacer polifosfato de amonio líquido, la reacción entre el amonio y el ácido superfosfórico es completamente exotérmica y, en consecuencia, este sistema deberá enfriarse ya que la elevada temperatura hidrolizará el conveniente fosfato no orto a fosfato orto. La reacción es:



Además, un pH inferior (menos de 4,0) favorecerá también la reacción hasta destruir los fosfatos no orto, con lo que resulta de importancia que ambos, el amonio y el ácido superfosfórico, sean alimentados al recipiente de la reacción a un ritmo controlado.

15 Consecuentemente, otro objeto de la invención consiste en la producción de un polifosfato de amonio que tenga la facultad de separación del ion metal cuando se disuelve en un sistema acuoso.

20 Otra finalidad de la invención consiste en la producción de polifosfato de amonio, sin la formación de cantidades apreciables de metafosfato y tripolifosfato de hierro altamente insoluble.

Otra finalidad de la invención consiste en proporcionar un método mediante el cual se pueda obtener polifosfatos de amonio líquidos, de análisis superior a 10-34-0, y derivados del ácido fosfórico de proceso húmedo.

25 Otra finalidad más de esta invención consiste en la eliminación de la fase costosa de obtención de ácido superfosforico, produciendo un fertilizante de fosfato amónico líquido de no precipitación.

30



Una finalidad adicional de la invención es un método para neutralizar al ácido fosfórico de proceso húmedo con una sustancia alcalina, sin la formación de una sustancia gelatinosa.

5           Otros objetos, si específicamente aquí no detallados, se verán con facilidad por aquellos profesionales en esta materia, analizando la descripción detallada de la invención, que se expone a continuación.

10           En forma amplia, esta invención se refiere a la producción de fosfatos amónicos, y más específicamente a un proceso nuevo de producción de polifosfato amónico, teniendo por lo menos el 20%, por peso, de su fosfato, en la forma no orto. Generalmente, el producto tendrá alrededor de 40-80% de su  $P_2O_5$  en la forma no orto. En algunos casos, por lo menos el 50

15           de la conversión es preferible. La invención también incluye el uso de este polifosfato amónico como un agente de separación, cuando el ácido de proceso húmedo se neutraliza con sustancias alcalinas. Se ha descubierto ahora, mediante un dispositivo muy sencillo, que el ácido fosfórico de proceso húmedo puede reaccionar con amonio fluído anhidro (Gaseoso o líquido), a ritmos

20           de producción sorprendentes, para obtener un polifosfato amónico, teniendo por lo menos el 20% de su contenido de fosfato en la forma no orto. El polifosfato amónico está en forma de sustancia derretida caliente, inmediatamente de la salida de la zona

25           del sistema de reacción, enfriándose rápidamente por un medio u otro.

30           En general, el proceso de esta invención comprende la reacción de amonio anhidro en ácido fosfórico de proceso húmedo, en forma tal que el calor exotérmico de la reacción se utiliza para suministrar la energía necesaria para deshidratar molecularmente el ácido ortofosfórico, es decir, convertir los fosfatos



2

orto en fosfato no orto. El producto de reacción, a medida que sale del reactor, comprende una mezcla de vapor supercalentado, polifosfato amónico fundido y, según la proporción molecular de amonio y ácido fosfórico, y amonio sin reaccionar.

5 Si la proporción molecular de amonio respecto al ácido fosfórico es menor de 0,8, la reacción de amonio se completa, mientras que con una proporción molecular por encima de 0,8 da origen a salida de amonio sin reaccionar, juntamente con el producto. Este amonio sin reaccionar no es realmente despreciable, ya

10 que puede utilizarse para neutralizar posteriormente el polifosfato amónico hasta una proporción de 1 a 3 de amonio respecto al  $P_2O_5$ , en la fase de enfriamiento rápido. La mezcla fundida de fosfatos condensados amoniados resulta extremadamente difícil de manejar como tal, cuando proviene del reactor,

15 debiendo seguirse el proceso inmediatamente antes de que se enfrie formándose una masa de higroscópica vidriosa. Para realizar esto, el fundido caliente se le enfria rápidamente. Esta fase de enfriamiento rápido puede llevarse a cabo de diferentes maneras. Por ejemplo, la trayectoria del fundido puede ser tal

20 que la corriente fundida se vea impelida a través de un medio gaseoso (generalmente aire) con anterioridad a su disolución en agua. El vapor y otros gases se escapan durante la trayectoria. El fluido es entonces enfriado rápidamente, y disuelto en una solución acuosa, enfriada neutralizándose con amonio

25 adicional.

Otro método para enfriar rápidamente el fundido consiste en sumergir el extremo del reactor a chorro por debajo del nivel líquido del tanque de solución. En este método, el fundido carece de trayectoria en el espacio y, por consiguiente,

30 los gases no escapan. Esto tiene la ventaja de que no hay vahos con los que contender, más el hecho de que el flujo entero de amonio requerido para la solución final de fosfato de amonio



puede añadirse al reactor de inyector, porque cualquier amonio sin reaccionar, perdido en el inyector se vuelve a condensar con el vapor en la solución acuosa. El pH de la solución puede controlarse por medio del peso de amonio alimentando al inyector eliminando así la necesidad de dos sistemas separados de control de amonio. Este método requiere más enfriamiento que el primero, porque el vapor se vuelve a condensar en la solución enfriada. El pH del polifosfato de amonio puede ser de 5,0 - 8,0, debiendo ser el más indicado entre pH 6,0 y 6,5.

5  
10           Se observará a este respecto que la fase de enfriamiento rápido puede llevarse a cabo por procedimientos distintos que el contacto acuoso del fundido caliente. El contacto íntimo con sólidos fertilizantes relativamente fríos, enfriará rápidamente el fundido caliente, siendo, en realidad, un procedimiento  
15 conveniente de enfriamiento, cuando consideramos un producto granulado. Utilizando ya polifosfato de amonio sólido formado, a manera de lecho de rodamiento de sólidos, el fundido caliente se extiende sobre los sólidos, utilizando parte del producto a medida que se recicla. La pérdida de amonio en el reactor  
20 de inyección se ve sustancialmente absorbida por el citado lecho de rodamiento relativamente frío.

25           El aparato utilizado puede comprender un conducto reactor alargado, con un diámetro menor que su longitud, y generalmente uniforme en sección transversal, teniendo el citado reactor un extremo de entrada y otro de salida. Los tubos de entrada se disponen en el extremo de la entrada del conducto, con el fin de alimentar amonio y ácido de proceso húmedo al interior del conducto. Estos tubos de entrada están conectados a una fuente de suministros exterior respecto al conducto. Los tubos  
30 de entrada pueden estar posicionados en relación espaciada,



si se desea, o bien posicionada concéntricamente, uno dentro de otro. Por lo general, el tubo de entrada ~~consiste~~-sencillamente en tubo terminal abierto, pero si se ~~quiere~~, se pueden disponer orificios, al objeto de obtener una mayor diseminación de los reactivos. También el tubo de entrada puede estar provisto de varias aberturas espaciadas, por ejemplo del tipo colector de admisión.

Una de las versiones de un aparato utilizado para llevar a cabo el proceso para la producción de polifosfatos de amonio, comprende un reactor del tipo inyector de dos fluidos. Específicamente, este reactor de inyector está formado en la mayor parte de los casos por unos 8 pies de aleación de 1/2 pulgada 316, como conducto para el ácido fosfórico. El amonio gaseoso penetra en el conducto, en otro conducto de 1/8 de pulgada posicionado en el interior del conducto de 1/2 pulgada. Se hizo variar la longitud del conducto de 2-16 pies, pero no se apreció cambio significativo alguno en el producto.

Al realizar la reacción, el amonio gaseoso y el ácido fosfórico son suministrados en una proporción molecular de 0,8-1,6. El ácido fosfórico tiene un contenido de  $P_2O_5$  de 54-68 %, preferentemente de 55 - 65 %, antes de la reacción. El amonio líquido puede utilizarse en un lugar de amonio gaseoso, pero, si se utiliza, el ácido fosfórico debe contener alrededor de un 4% menos de agua. El ácido fosfórico se calienta previamente, per lo general, hasta alcanzar una temperatura de unos 140° - 180° F.

Con objeto de que el polifosfato de amonio pueda separarse por si mismo, es necesario que haya una conversión de, por lo menos, el 20 %, por peso, de la forma orto a la forma no orto. Los polifosfatos son más solubles que los fosfatos orto, por ello, aumentado la conversión por encima del 20%, puede pro-



ducirse una solución más estable, desde el punto de vista de  
salificación a temperaturas bajas. Esta conversión extra facilita  
al ácido fosfórico del mercado para que pueda separarse, confor-  
me se indica posteriormente, en el ejemplo IV. Por lo menos  
5 la conversión al 40% es solicitada en el comercio para un  
producto 10-34-0. Utilizando ácido fosfórico fuerte (62%  $P_2O_5$ ),  
se puede producir grados más elevados, tales como 11-37-0 y 12-41-0.  
Debido a que lo requiere la separación, es conveniente una con-  
versión de un 50% a superior, sin embargo, es difícil obtener  
10 una conversión del 50% en ácido superfosfórico, debido a la  
temperatura extrema que se requiere a temperaturas elevadas,  
y largo tiempo empleado, el hierro precipita en forma de tripoli-  
fosfato de hierro, que resulta enormemente insoluble, y que  
permanecerá como un precipitado en el 10-34-0. Utilizando el  
15 proceso de esta invención se elimina el sobrecalentamiento  
localizado. Además, el tiempo de detención queda reducido a menos  
de un segundo. De conformidad con esto, la invención proporciona  
un dispositivo para la obtención de una conversión elevada  
(40-80%) sin la formación de precipitados insolubles. Se ha  
20 comprobado que la cantidad de conversión está directamente rela-  
cionada con la temperatura del reactor inyector. La temperatura  
de la masa de reacción puede medirse intercalando un termómetro  
en la tubería, en el reactor inyector.

Ya que la presente invención utiliza calor exotérmico de  
25 reacción para llevar a cabo la deshidratación molecular, las  
temperaturas máximas alcanzables fueron determinadas considerando  
la fuerza del ácido. Como un ejemplo específico, cuando se  
reacciona amonio gaseoso con ácido de proceso húmedo de 58%  $P_2O_5$ ,  
la temperatura es de unos 505°F. y esto originará a su vez un  
30 grado de polifosfato de amonio líquido con aproximadamente el  
39% de conversión, es decir el 39% por peso del  $P_2O_5$  será  
fosfato no orto, Un ácido del 60% producirá un producto teniendo

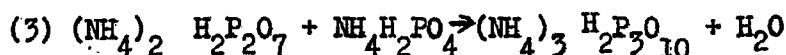
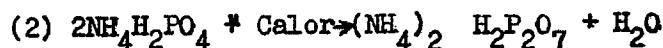


una conversión de, aproximadamente, el 62%. Utilizando un ácido  
55%  $P_2O_5$ , la temperatura será de unos 450°F. Como un límite su-  
perior, la temperatura obtenida en el reactor será, aproxima-  
damente, de unos 650°F. De conformidad con esto, utilizando ácido  
5 del 55%-65%  $P_2O_5$  y una temperatura entre 450°F. y 650°F., puede  
asegurarse la producción de polifosfatos de amonio, teniendo  
una conversión de, por lo menos, el 20%.

El producto de reacción, a medida que sale del conducto,  
está formado por polifosfato de amonio fundido, suspendido en  
10 una corriente de gran velocidad de vapor supercalentado. El  
tiempo de permanencia de los reactivos en el reactor es menor  
de un segundo, y el producto fundido sale del reactor a una  
velocidad que se estima ser del orden de, por lo menos, 50 MPH,  
dependiendo de la cantidad de corriente producida. El análisis  
15 del fundido caliente muestra un producto conteniendo un 8-9 por  
ciento de peso de nitrógeno y un 55-60 por ciento de peso de  
fósforos, calculado como  $P_2O_5$ . La distribución de clases de  
fosfatos condensado depende de la temperatura del reactor in-  
yector, pero corresponde a la encontrada en SPA, para una  
20 conversión dada. El producto contiene un 20-80% de ortofosfato  
un 20-45% de pirofosfato, y un 0-40% de otros fosfatos.

En términos generales, la reacción tiene lugar en el reac-  
tor en la forma siguiente:

(1)  $H_3PO_4(H_2O) + NH_3NH_4H_2PO_4 + (H_2O) + \text{calor}$   
25  $(H_2O)$  representa agua libre presente en el ácido fosfórico  
orto.



(4) Otros fosfatos mas condensados están formados en las  
30 mismas maneras.



Los ejemplos específicos que siguen se dan con fines ilustrativos tan solo, sin que tengan carácter limitativo en el ámbito de la invención distinto del establecido en las reivindicaciones anexas.

5

EJEMPLO I

El aparato utilizado para realizar este ejemplo fue un reactor inyector formado por un conducto de 1/8 de pulgada, enroscado dentro de otro conducto SS de 1/2 pulgada con sección de 8 pies.

10

Se calentaron previamente 46,5 libras de ácido de proceso húmedo, teniendo un contenido de  $P_2O_5$  del 58%, por peso, y se alimentaron al interior del conducto más grande, a un ritmo de 3 libras por minuto, bajo 40 psig. Simultáneamente fueron suministradas a la zona de reacción, a través de un conducto más pequeño, 5,2 libras de amonio gaseoso, a un ritmo de 0,32 libras por minuto, si bien bajo 120 psig. La temperatura de reacción, de unos 500° F., se midió instalando un termómetro de esfera en el conducto del reactor. El promedio del tiempo de permanencia de la reacción fue menor de un segundo, y el producto de la reacción, que consistió en polifosfatos de amonio fundido, suspendidos en una corriente de vapor supercalentada, analizado aproximadamente 9,1 - 57,4 - 0, que corresponde a, aproximadamente, una proporción molecular de  $0,8 NH_3/H_3 PO_4$ .

15

20

25

30

El reactor fue situado sobre un tanque agitado y enfriado, para que el rociado del inyector fuera dirigido hacia abajo, dentro del tanque. Al comienzo de la operación, el tanque contenía 40 libras de agua y el inyector operaba al ritmo anterior durante 15 minutos, para producir un producto 9-30-0. El tanque de agitación contenía una prueba de pH, un par termoeléctrico para vigilar la temperatura y un rociador de amonio para añadir



el amonio adicional. El fundido parcialmente neutralizado, rociado desde el inyector, pasando a través del aire, fué a dar contra la superficie del agua. El vapor y otros gases escapan durante la trayectoria a través del aire. El fundido tuvo un pH de 3, siendo neutralizado a un pH de 6,1, con 4,5 libras de amonio; a 0,30 libras por minuto, desde el rociador, en el tanque de la solución final. Esta solución final, pesando unas 90 libras, contuvo polifosfatos de amonio disueltos, teniendo un 35% de polifosfatos no orto, y analizada, 8,88 - 29,95 - 0, que corresponde a una proporción molecular de  $\text{NH}_3/\text{H}_3\text{PO}_4$  de 1,5:1.

#### EJEMPLO II

El mismo equipo utilizado en el Ejemplo I fué utilizado también en este ejemplo, a excepción del extremo de salida del reactor que fué sumergido por debajo del nivel líquido del tanque de solución.

El contenido de ácido de proceso húmedo de 61%  $\text{P}_2\text{O}_5$  fué suministrado al reactor durante aproximadamente 18 minutos, al ritmo de 3 libras por minuto. Simultáneamente, y durante 18 minutos al ritmo de 0,74 libras por minuto bajo 110 psig, fué suministrado amonio gaseoso. La temperatura de reacción fué de unos 550°F, y el producto que salía del conducto fué enfriado rápidamente y disuelto en el tanque de solución final, conteniendo unas 35 libras de  $\text{H}_2\text{O}$ . Sumergido de esta forma, el fundido no fluyó a través del aire y, por consiguiente, los gases no escaparon. Mientras que el amonio no reaccionando fué vuelto a condensar con el vapor en la solución acuosa, el pH de la solución fué controlado por el ritmo del amonio alimentando al inyector, y así eliminada la necesidad de dos sistemas separados de control de amonio. Mediante este método se produjo una solución que, conteniendo 65,8%, se convirtió en fosfato no orto, de análisis 10,77-35,53-0.



EJEMPLO III

En este ejemplo, el reactor inyector fué posicionado dentro de un granulador de cochura, y el fundido caliente extendido sobre un lecho de rodamiento de sólidos fertilizantes (polifosfato de amonio sólido).

5           Se suministraron 10 libras de ácido de proceso húmedo, con un contenido del 59%  $P_2O_5$ , al inyector, a un ritmo de 3-1/2 libras por minuto, y 1-1/2 libras de amonio gaseoso, a un ritmo de 0,5 libras por minuto, a 120 psig. La temperatura de reacción fué de 555°F. La pérdida de amonio en el reactor inyector fué

10           parcialmente absorbida por el lecho de rodamiento relativamente frío, comprendiendo 30 libras de sólidos. La proporción del ácido fosfórico a la totalidad de amonio fué de 1-1, de la cual 0,8 a 1 fué reaccionado en el inyector y 0,2 a 1 fué reaccionado en el lecho de rodamiento. El producto final tuvo un

15           análisis de 12-56-0 y una conversión del 39%. Parte del fosfato no orto fué hidrolizado en el lecho caliente por medio de la corriente recogida en los sólidos, dando como resultado un ritmo de conversión inferior.

EJEMPLO IV

20           Propiedad de separación del polifosfato de amonio

Un grado de 10-34-0, con 62% de conversión (62% del  $P_2O_5$  en la forma no orto) hecho mediante el proceso inyector, fué utilizado para separar un grado líquido de 6-18-6. Se hicieron soluciones conteniendo 20, 30, 40, y 50% de  $P_2O_5$  del anterior

25           10-34-0 y el remanente  $P_2O_5$  del ácido fosfórico de proceso húmedo del 54% normal, utilizando en adición acua amonio y muriato de potasa. Las fórmulas fueron las siguientes:

- - - - -



	% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> derivado de 10-34-0	<u>20</u>	<u>30</u>	<u>40</u>	<u>50</u>
	Acido fos. 54% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	53,3	46,7	40,0	33,3
	10-34-0	42,3	63,5	84,6	105,8
	Acua amonio 24% N	82,3	73,5	64,8	57,0
5	Muriato de potasa 62% K <sub>2</sub> O	38,7	38,7	38,7	38,7
	Agua	<u>183,4</u>	<u>177,6</u>	<u>171,9</u>	<u>165,2</u>
	total	400,0	400,0	400,0	400,0

Las cantidades anteriores representan gramos utilizados para hacer la cochura.

10 Después de 32 días a 40°F. se observaron estas cuatro muestras para determinar la facultad de separación, y los resultados fueron los siguientes.

	<u>Muestra - % P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> Derivado de 10-34-0</u>	<u>Evaluación</u>
15	50%	excelente - completamente separado.
	40%	excelente - completamente separado
	30%	bueno - menos del 1% por volumen de sólidos dispersos fácilmente en el fondo del recipiente.
20	20%	malo-sin separación. 14% por volumen de cieno sobre el fondo del recipiente.

EJEMPLO V

Acido fosfórico de proceso húmedo, teniendo un contenido del 62% P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> fué suministrado a un ritmo de 3 libras por minuto al reactor, a 40 psig, suministrándose también amonio gaseoso a un ritmo de 0,75 libras por minuto, a 120 psig. El extremo del reactor inyector fué sumergido por debajo del nivel del tanque de solución final. La cantidad de agua inicialmente añadida al tanque en este caso se redujo, con objeto de producir un grado nominal algo superior al de 10-34-0. El pH fué



22

continuamente ajustado a 5,5; controlando el ritmo de adición de amonio al reactor inyector, se obtuvo en éste una temperatura de 550°F. Se produjo una solución altamente concentrada, de análisis 11,3-40,72-0, con una conversión del 66,4%.

5

EJEMPLO VI

Grado 6 - 18 - 6

Tamaño 40,000 gramos 61% P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 555°F. Inyector

	<u>Fórmula</u>	<u>libras/ton.</u>	<u>gramos/cochura</u>	<u>parte/1000 partes</u>
	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	590	11,800	295
10	NH <sub>3</sub>	146	2,920	73
	KCl(62% K <sub>2</sub> O)	194	3,880	97
	H <sub>2</sub> O	<u>1070</u>	21,400	535
		2000		

15

El muriato de potasa y el agua fueron añadidos al tanque de cochura. Mientras el inyector estaba funcionando fué movido dentro del tanque de solución, y se pasó una cantidad de ácido en incremento a través del reactor, llegando hasta 11,800 gramos. La temperatura del agua fué de 45°F, y después de haber añadido el muriato de potasa, descendió a 27°F. Después de la adición del fundido y del amonio, se elevó a 184°F.

20

Análisis del producto:

5,62 - 17,85 - 6,00

56,9% de conversión.

25

Grados de líquido completo pueden hacerse añadiendo otras sales, conforme se muestra en el método anterior.

30

La naturaleza química exacta del producto que sale del reactor no es, sin embargo, conocida, sabiéndose o teniéndose por cierto que el producto no es simplemente mono o fosfato diámonico ni una mezcla de ambos. El producto comprende una cantidad sustancial de fosfatos condensados de la fórmula H<sub>n</sub> 2 P<sub>n</sub> O<sub>3n</sub> 1 en la que parte del hidrógeno ha sido sustituido por radicales de



amonio. Por lo general, n será un entero entre 1 y 5. En términos generales, el producto comprenderá entre 20-80% de otros fosfatos. El contenido de nitrógeno de este fundido es de 8-12 de peso por ciento, y el fósforo expresado como  $P_2O_5$  está en la escala de 55-60 peso por ciento. Un producto 10-34-0 es preferido, disolviendo este fundido en agua y neutralizando el ácido libre como amonio adicional.

Es obvio afirmar que pueden realizarse muchas modificaciones y verificaciones a la invención conforme se ha descrito hasta aquí, sin que por ello se salga del espíritu de la misma y alcance, y, por consiguiente, tales limitaciones quedan impuestas por las reivindicaciones anexas, conforme a lo que en las mismas se expresa.

N O T A

En resumen : la invención recae sobre las siguientes reivindicaciones:

1.- Procedimiento de obtención de polifosfato amónico, caracterizado por las fases que comprenden la reacción del amonio con ácido fosfórico de proceso húmedo, y a una temperatura de, por lo menos, 450°F., con lo que se produce polifosfato de amonio fundido; enfriando rápidamente el citado polifosfato de amonio y recuperado el polifosfato amónico, dotado de propiedades de auto-separación.

2.- Procedimiento de obtención de polifosfato amónico, caracterizado porque, partiendo del ácido fosfórico de proceso húmedo, teniendo un contenido de  $P_2O_5$  entre un 54% y un 68%, el perfeccionamiento que comprende la reacción del citado ácido fosfórico de proceso húmedo con amonio, a una temperatura de por encima de unos 450°F., con lo que un polifosfato de amonio, teniendo por lo menos el 20% del valor del fosfato en la forma no orto, es producido, e inmediatamente de esto, enfriando rápidamente



el citado polifosfato amónico, y recuperado el citado polifosfato amónico.

5           3.- Procedimiento de obtención de polifosfato amónico, caracterizado porque comprende la reacción de amonio gaseoso con ácido fosfórico de proceso húmedo, teniendo un contenido de  $P_2O_5$  entre un 55% y un 65%, a una temperatura de entre unos 450°F. y 650°F. con lo que se forma un polifosfato amónico fundido, impulsado el producto de reacción fundido a través del espacio, evaporándose así el vapor y otros gases, y disolviendo el polifosfato amónico fundido en un sistema acuoso.

10           4.- Procedimiento de obtención de polifosfato amónico, caracterizado porque comprende la reacción de amonio gaseoso con ácido fosfórico de proceso húmedo, a una temperatura por encima de los 450°F., en una zona de reacción en la que el producto tiene un tiempo de permanencia menor de 1 segundo, tras pasando el polifosfato amónico fundido a un recipiente de enfriamiento rápido, y recuperado el polifosfato amónico.

15           5.- Procedimiento de obtención de polifosfato amónico, caracterizado porque comprenda la reacción de amonio gaseoso con ácido fosfórico de proceso húmedo, teniendo un contenido de  $P_2O_5$  de entre un 55% y un 65%, en una zona de reacción, con una temperatura entre unos 450° y unos 650°F., en la que el producto de reacción tiene un tiempo de permanencia menor de 1 segundo, tras pasado el polifosfato amónico fundido al interior de una solución acuosa y, posteriormente, neutralizando el polifosfato amónico a un valor pH entre 5,0 y 8.

20           6.- Procedimiento de obtención de polifosfato amónico, caracterizado porque tiene unas fases que comprenden la reacción de amonio con ácido fosfórico de proceso húmedo, a presión, y a una temperatura de, por lo menos, 450°F., con lo que se produce polifosfato amónico fundido, tras pasando el citado polifosfato

25

30



amónico a un granulador que contiene sólidos fertilizantes, y enfriando rápidamente el polifosfato amónico, poniéndolo en contacto con sólidos fertilizantes.

7.- "PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE POLIFOSFATO AMONICO"

5

Según se describe en esta memoria que consta de diecinueve hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid 22 JUL. 1936

CARLOS FERNANDEZ SANDELA

P.P.

PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE POLIFOSFATO AMONICO