

336087



25 50

PATENTE DE INVENCIÓN

=====

FMC 3162

336087

Memoria Descriptiva

sobre:

" Procedimiento de purificación de ácido fosfórico".

.....

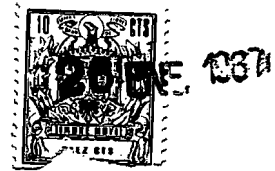
Solicitante: FMC CORPORATION, entidad norteamericana, residente en 633 Third Avenue, New York, New York, EE.UU. de A.

.....

Esta invención se relaciona con un procedimiento para la purificación de ácido fosfórico, obtenido por acidulación de menas fosfáticas con ácidos minerales.

5. Un procedimiento bien conocido de recupe-

336087



- ración del contenido en fosfatos de una mena fosfática en forma de ácido fosfórico es el procedimiento de "ácido hidratado". En este procedimiento, se acidula con ácido mineral, normalmente ácido sulfúrico, una roca fosfática que generalmente contiene fósforo en forma de $\text{Ca}_{10}\text{F}_2(\text{PO}_4)_6$ para precipitar el contenido en calcio y recuperar ácido fosfórico. El ácido hidratado resultante es recuperado por filtración del mismo a partir de los materiales insolubles en la mezcla acidulada y es adecuado para su uso en muchas aplicaciones fertilizantes sin ulterior tratamiento. Sin embargo, no es adecuado para otras muchas aplicaciones sin un subsiguiente tratamiento, debido a su nivel de impurezas relativamente elevado.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.
- Ha sido costumbre purificar el ácido hidratado destinado a su empleo en aplicaciones no fertilizantes para separar cantidades indeseables de impurezas, particularmente impurezas metálicas. Una de estas técnicas de purificación implica el uso de ácido clorhídrico como ácido mineral acidulante, seguido de extracción del contenido en P_2O_5 en el resultante "ácido hidratado" con disolventes orgánicos, tales como fosfatos alquílicos o arílicos y recuperando el contenido en P_2O_5 del extracto. La extracción del contenido en P_2O_5 de las impurezas que quedan en el material refinado se acentúa usando ácido clorhídrico como ácido acidulante debido a la formación de cloruro cálcico en la solución de ácido húmedo; esta sal ejerce un "efecto salino" que ayuda a



336087

transferir contenidos en P_2O_5 a la fase del extracto orgánico.

- Aunque estos extractores son eficaces en procedimientos que utilizan ácido clorhídrico para la acidulación, no han resultado ser eficaces en la extracción del contenido en P_2O_5 del ácido hidratado acidulado con ácido sulfúrico. Indeseablemente, cuando estos extractores orgánicos se mezclan con el ácido hidratado, obtenido mediante acidulación con ácido sulfúrico, se obtiene un precipitado gelatinoso en el restante material refinado, que impide una separación efectiva de las fases orgánica y acuosa. Además, la ausencia de cloruro cálcico en el ácido hidratado, obtenido por acidulación con ácido sulfúrico, impide la saturación de la fase acuosa, y como consecuencia la extracción del P_2O_5 en la fase orgánica. Como resultado, estas técnicas de extracción pueden aplicarse comercialmente sólo con "ácido hidratado", obtenido por acidulación con el ácido clorhídrico, más costoso, en lugar del ácido hidratado obtenido por acidulación con ácido sulfúrico, convencional y menos costoso.

- Hemos observado que el "ácido hidratado" obtenido mediante acidulación con ácido sulfúrico de menas fosfáticas puede purificarse (a) poniendo en contacto el citado ácido hidratado con una solución extractora orgánica que tenga una solubilidad limitada en aquel, en cantidades suficientes para extraer no más del 85% y preferiblemente del 50 al 85% del contenido en P_2O_5 de la misma, conteniendo dicha so-

28



- 4 -

336087

- lución extractora orgánica un fósforo orgánico que puede ser un fósforo alquílico, un fósforo arílico o un fósforo alquilarílico diluido con un disolvente orgánico, recuperándose un extracto con menos impurezas que el ácido hidratado y que contiene preferiblemente del 50 al 85% del contenido en P_2O_5 en el ácido hidratado; (b) preferiblemente depurando el extracto con un ácido fosfórico acuoso de mayor pureza que el referido ácido hidratado para reducir el nivel de impurezas metálicas de dicho extracto; (c) el contacto del extracto depurado con agua en cantidades suficientes para separar el contenido en fosfatos del extracto y formar ácido fosfórico; (d) separar el ácido fosfórico formado de la restante solución extractora orgánica; y (e) recuperar una solución de ácido fosfórico dotada de una pureza superior a la de dicho ácido hidratado.
- 5.
- 10.
- 15.

- El procedimiento anteriormente definido consigue inesperadamente dos resultados deseables, concretamente la extracción selectiva del contenido en P_2O_5 del contenido en sulfatos (señalados como SO_3) introducidos por el ácido sulfúrico acidulante, y la prevención de un precipitado gelatinoso en el material refinado, que impediría una adecuada separación de la fase acuosa respecto a la fase orgánica en la operación de extracción.
- 20.
- 25.

- En la práctica de la presente invención, se trata preferiblemente ácido hidratado (ácido fosfórico), obtenido por acidulación de una mena fosfática con ácido sulfúrico, para separar impurezas
- 30.

- 5 -
336087



- de sulfatos y fluorsilicatos residuales que quedan en solución, a fin de facilitar la subsiguiente extracción del contenido en P_2O_5 . Esto puede llevarse a cabo convenientemente añadiendo una sal sódica y una sal cálcica soluble en el ácido a fin de precipitar sulfato cálcico y fluorsilicato sódico (Na_2SiF_6). La cantidad de las sales sódicas y cálcicas añadidas dependerá de la concentración de ácido fluorsilícico y sulfato que permanecen en el ácido hidratado,
5. que varía entre un productor y otro. Pueden emplearse carbonato sódico y roca fosfática molida para proporcionar contenidos en sodio y calcio, respectivamente, porque son fácilmente obtenibles y económicos. Asimismo, la roca fosfática añade su contenido en P_2O_5 al ácido hidratado.
- 10.
- 15.

- El precipitado resultante de sulfato cálcico y fluorsilicato sódico se separa del ácido hidratado restante y se pasa el ácido a una o más zonas de extracción. El ácido se pasa preferiblemente a la parte superior de la columna y se extrae a contracorriente con una solución extractora orgánica que es sustancialmente insoluble en agua. La solución extractora orgánica está formada por un fosfato alquílico, un fosfato arílico o un fosfato alquilarílico que contiene no más de 8 átomos de carbono aproximadamente en el sustituyente arilo o alquilo, diluido con un disolvente orgánico.
- 20.
- 25.

- Ejemplos de tales fosfatos alquílicos son el fosfato tri-n-butílico, fosfato trietilílico, fosfato triisobutílico, fosfato dietilhexílico, fosfato
- 30.

- 6 -
336087²³



5. tri-(2-etilhexílico), fosfato trioctílico y fosfato etildibutílico. Además, pueden utilizarse ciertos fosfatos alquílicos alcoxi-sustituídos tales como el fosfato tri-butoxietílico, incluyéndose en el término fosfato alquílico. Ejemplos de fosfatos arílicos son el fosfato tricresílico, fosfato dicresilxilílico y el fosfato cresildifenílico. El fosfato preferido es el fosfato tri-n-butílico.
10. El fosfato se diluye con un disolvente orgánico que tenga una solubilidad limitada en agua para mejorar la separación de fases. El disolvente facilita igualmente la extracción disminuyendo la viscosidad y densidad de la fase orgánica. Adecuados disolventes incluyen al benceno, tolueno, xileno, monoclorobenceno, o-diclorobenceno, decahidronaftaleno, hidrocarburos de petróleo de baja ebullición, tales como nafta de petróleo y queroseno, e hidrocarburos alifáticos saturados, tales como N-hexano. La relación volumétrica entre fosfato orgánico y disolvente puede ser de 10:1 a 0,5:1, siendo preferible una relación de 3:1.
15. La relación volumétrica entre solución extractora orgánica y ácido hidratado puede variar entre 1:1 y 10:1 aproximadamente y ha de seleccionarse de manera que no se extraiga más del 85% del contenido en P_2O_5 presente en el ácido hidratado para evitar la formación de una masa gelatinosa en el material refinado durante la operación de extracción. Una preferida relación volumétrica es la de 4:1 aproximadamente.
- 20.
- 25.
- 30.



336087

- En la etapa de extracción del procedimiento, se cargan en el extracto orgánico hasta un 85% aproximadamente del contenido en P_2O_5 presente en el ácido hidratado, dejando la mayor parte de las impurezas minerales en el material refinado. Esta operación de extracción puede llevarse a cabo en cualquier adecuado dispositivo de extracción, tal como mezcladores sedimentadores, columnas agitadas y contactores centrífugos líquido-líquido. El material refinado resultante, que posee inesperados contenidos en P_2O_5 e impurezas minerales en una solución acuosa, puede emplearse en la producción de fertilizantes, por ejemplo superfosfato triple, utilizando así contenido en P_2O_5 sin extractar. La operación de extracción se lleva a cabo normalmente a temperaturas de 20 a 100°C aproximadamente, para la obtención de los mejores resultados; para facilitar la operación, pueden emplearse temperaturas ambientales.
20. El extracto orgánico se pasa luego preferiblemente a una unidad depuradora donde es depurado con un ácido fosfórico acuoso de mayor pureza que el ácido hidratado, usándose normalmente para este fin ácido producto ó PO_4H_3 acuoso del separador (tal como se define más adelante). En esta operación, puede separarse del extracto orgánico una gran porción del hiebro y otras impurezas metálicas, si se encuentran presentes. La relación volumétrica entre extracto orgánico y ácido fosfórico puede ser de 10:1 a 40:1 aproximadamente, siendo preferible la de 20:1
- 5.
- 10.
- 15.
- 25.
- 30.



1957

336087

52. aproximadamente. En esta operación, se añade suficiente ácido al extracto orgánico para separar las impurezas minerales presentes en aquel, por debajo de cualquier nivel requerido. Por ejemplo, puede añadirse suficiente ácido fosfórico para reducir el nivel del hierro por debajo de una relación entre hierro y P_2O_5 de 1:5.500. La cantidad exacta de ácido empleada variará dependiendo del nivel inicial de impurezas del extracto orgánico. Esta operación depuradora
10. puede efectuarse en el mismo tipo de equipo especificado para la operación de extracción y preferiblemente se lleva a cabo a una temperatura de 40 a $100^{\circ}C$; pueden emplearse temperaturas ambiente, si se desea, para facilitar la operación. Si el nivel de impurezas
15. metálicas es suficientemente bajo, esta operación puede eliminarse.

20. La concentración de ácido fosfórico usada para depurar es normalmente igual a la concentración del ácido hidratado original alimentado, a fin de que se encuentra en equilibrio con el contenido en P_2O_5 del extracto orgánico. De esta manera, no se transfieren contenidos en P_2O_5 entre la fase orgánica y el ácido fosfórico depurador; este es el preferido modo de operación en un tratamiento continuo.

25. El extracto orgánico depurado es pasado luego a una columna de destilación y despojado del contenido en P_2O_5 mediante su contacto con agua. Se añade suficiente agua para separar sustancialmente todo el contenido en P_2O_5 presente en el extracto orgánico

30. depurado. Si se desea, el agua usada para separar el

336087



- contenido en P_2O_5 puede contener sales, tales como carbonatos o hidróxidos metálicos alcalinos, para facilitar la separación. En general, no es deseable separar los últimos vestigios de P_2O_5 del extracto orgánico depurado, puesto que esto requeriría el uso de unas cantidades excesivas de agua y tendría por resultado una innecesaria dilución del extracto ácido acuoso resultante. Se han obtenido buenos resultados con relaciones volumétricas entre extracto orgánico depurado y agua de 5:1 a 12:1, dependiendo la exacta relación de la cantidad de P_2O_5 en el extracto orgánico depurado. La separación se efectúa preferiblemente a temperaturas de 40 a 100°C; pueden emplearse temperaturas ambientes para facilitar la operación, si se desea.
- 5.
- 10.
- 15.

- Después de haberse completado la operación de separación, el extracto de ácido fosfórico acuoso recuperado contiene sustancialmente todo el contenido en P_2O_5 extractado de la alimentación de ácido hidratado. La solución extractora orgánica separada de la columna de destilación puede purificarse, por ejemplo mediante tratamiento con carbón vegetal activo, un lavado alcalino y/o destilación, para separar residuos orgánicos solubles, reciclándose para una ulterior extracción.
- 20.
- 25.

- El extracto de ácido fosfórico acuoso resultante puede contener impurezas de fluor. Estas pueden separarse, si se hallan presentes, calentando el extracto a una temperatura de 110 a 150°C, de manera que hierva y expulse al contenido en fluor de la so-
- 30.



336087

lución. La exacta temperatura de ebullición depende de la concentración del contenido en P_2O_5 en la solución. Durante esta operación, se separan prácticamente todos los valores de fluor, a excepción de unas cantidades ínfimas. Esta operación de calentamiento puede ser un mero reflujo de la solución ácida o bien la solución puede concentrarse dejándose escapar vapor de agua del sistema. El ácido fosfórico resultante es luego recuperado como ácido purificado, que presenta un nivel de pureza muy superior al del ácido hidratado.

En algunos casos, el producto ácido acuoso resultante, puede tener un ligero color debido a la presencia de pequeñas cantidades de impurezas orgánicas residuales. Estas impurezas pueden separarse, cuando se requiera, poniendo en contacto el ácido producto con carbón vegetal activo y adsorbiendo las impurezas sobre el carbón vegetal activo. El ácido resultante será entonces transparente sin ningún vestigio de color.

Este procedimiento se describirá seguidamente con referencia al adjunto dibujo, que es una relación esquemática de operaciones del procedimiento.

En el dibujo, se pasa una alimentación de ácido hidratado que tiene una concentración del 30 al 54% de P_2O_5 , a través del conducto 2 a un reactor 4. A través del conducto 6 se pasa al reactor 4 una mezcla de roca fosfática y carbonato sódico. El contenido en calcio de la roca fosfática reacciona con cualquier contenido en valores sulfato de la alimentación

336087

20



de ácido hidratado formando sulfato cálcico insoluble, mientras que el carbonato sódico reacciona con cualquier ácido fluorsilícico para formar fluorsilicato sódico insoluble. El precipitado se retira de la base del reactor 4 a través del conducto 8 y se desecha, mientras que el ácido sobrenadante restante es pasado a través del conducto 10 a la parte superior de la columna de extracción 12.

5. Una solución extractora orgánica es pasada a través del conducto 14 a la columna de extracción 12 y mezclada con el ácido sobrenadante. Es preferible que el ácido y la solución extractora sean pasados en contracorriente en la columna de extracción. Hasta un 85% del contenido en P_2O_5 del ácido sobrenadante es cargado en el extracto orgánico en la columna de extracción 12. La mayor parte de las impurezas minerales queda en el material refinado, con el contenido en P_2O_5 sin extractar, y se retiran de la base de la columna a través del conducto 16 y pasado a un depurador 18.
10. Simultáneamente, se pasa ácido fosfórico purificado (ácido depurador) a través del conducto 20 a la unidad depuradora 18 y se mezcla con el extracto orgánico en aquella.
- 15.
- 20.

25. El ácido fosfórico purificado depura al extracto orgánico en el depurador 18 separando hierro y otras impurezas catiónicas del extracto orgánico. El extracto orgánico depurado es luego retirado del depurador 18 a través del conducto 22 y pasado a una columna de destilación 24. El flujo descendente del ácido depurador es retirado del depurador 18 median-
- 20.

336087

23



- te el conducto 26 y mezclado con el ácido sobrenadante en el conducto 10 para su tratamiento en la columna de extracción 12. Se añade agua a la columna de destilación 24 a través del conducto 28 y se mezcla con el extracto orgánico depurado presente en la misma.
5. En esta columna, el agua separa el contenido en P_2O_5 del extracto orgánico y sustancialmente todo el contenido en P_2O_5 es retirado a través del conducto 30 como ácido fosfórico en la base de la columna de destilación 24. La solución orgánica destilada es retirada de la columna de destilación 24 a través del conducto 32 y es tratada en una etapa 34 de limpieza de disolvente para la separación de desechos orgánicos solubles. La etapa 34 de limpieza de disolvente puede ser un filtro de carbón vegetal activo a través del cual es pasado el disolvente orgánico y puede incluir una columna de destilación para una mayor purificación de la solución extractora orgánica.
- 10.
- 15.
20. El desecho se retira de la etapa 34 de limpieza de disolvente a través del conducto 48 y la solución extractora orgánica purificada es pasada a través del conducto 36 al conducto 14 para una adicional extracción en la columna de extracción 12. El extracto de PO_4H_3 acuoso (ácido fosfórico) es pasado luego a través del conducto 30 a un alambique 38 y calentado a una temperatura de 110 a 150°C. Durante esta etapa, se desprende el contenido en fluor a través del conducto superior 40 y el ácido fosfórico purificado es retirado a través del conducto 42 situado en la base del alambique 38, como ácido producto.
- 25.
- 30.

- 13 -
336087



5. El ácido depurador puede suministrarse reciclando una porción del extracto acuoso de PO_4H_3 de la columna de destilación 24 a través de los conductos 30, 33 y 20, al depurador 18. Como variante, una porción del ácido producto puede reciclarse como ácido depurador a través de los conductos 42 y 20.

10. Los siguientes ejemplos se ofrecen para ilustrar la presente invención y no deberán considerarse como limitativos de ella. El ejemplo 1 se realizó de acuerdo con la lista de operaciones especificada en el dibujo.

EJEMPLO 1

15. Se introdujo en un reactor un ácido hidratado obtenido por acidulación de una mena fosfática con ácido sulfúrico. La alimentación ácida cargada en el reactor pesaba 2.280 gramos y contenía los ingredientes indicados en la tabla I. Se añadió al reactor roca fosfática y carbonato sódico y se obtuvo un precipitado de sulfato cálcico y fluorsilicato sódico.

20. El ácido sobrenadante fué separado de la suspensión y se mezcló continuamente con 240 gramos de flujo descendente del depurador de ácido fosfórico y se pasó continuamente hacia adelante (en un peso total de 2.520 gramos) hasta la parte superior de una columna

25. de extracción. Se introdujo también continuamente en la columna de extracción una solución extractora orgánica que pesaba 5.510 gramos y estaba constituida por fosfato tri-n-butílico y queroseno en una relación volumétrica de 3:1 y se mezcló con el ácido sobrenadante. La extracción se llevó a cabo a una tempe

30.

336087



- ratura de 20 a 30°C durante un período de 3 horas. El extracto (con un peso total de 6,372 gramos) se retiró continuamente de la porción superior de la columna de extracción y se separó continuamente un material refinado (con un peso total de 1634 gramos) de la base de la columna. El extracto orgánico se pasó luego a una unidad depuradora y se depuró con un total de 240 gramos de un ácido producto de grado detergente. El extracto orgánico depurado (con un peso total de 6375 gramos) se pasó luego hacia adelante de modo continuo hasta una columna de destilación mientras el flujo descendente del depurador (aproximadamente 240 gramos) se pasó a la columna de extracción junto con ácido sobrenadante para recuperar el contenido en P_2O_5 en el ácido depurador. Luego se pasaron continuamente 1100 gramos de agua a la columna de destilación y se mezclaron con el extracto orgánico depurado. Se retiró un extracto acuoso de ácido fosfórico (peso total 1461 gramos) de la base de la columna de destilación y la solución orgánica destilada (peso total 5730 gramos) se retiró de la parte superior de la columna. El extracto ácido acuoso fue pasado hacia adelante a un alambique, donde se calentó a 150°C para volatilizar el contenido en fluor por la parte superior y recuperar un ácido producto de la base del alambique. La solución orgánica destilada de la columna de destilación fue pasada continuamente a través de carbón vegetal activo, destilada y reciclada para su uso adicional en la columna de extracción. Se retiró un total de 240 gramos de dese-
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.
 - 30.

336087

26



cho orgánico de la solución orgánica. Las concentra-
ciones de P_2O_5 e impurezas de cada una de estas so-
luciones, incluyendo el ácido producto final, se in-
dican en la tabla I.

336087

TABLE I

336087

16 B-1

Contenidos minerales	Alimentación ácido hídrico (2520 gramos)	Mezcla ácido sobrenadante (2520 gramos)	Solución orgánica (5510 g.)	Extracto orgánico (6372 g.)	Refinado (1634 g.)	Flujo descendente del depurador (240 gramos)	Extracto orgánico depurado (6375 g.)	Solución orgánica destilada (5730 gramos)	Extracto acuoso (1461 g.)	Acido producido
	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%
P ₂ O ₅	43.63	43.68	0.19	9.40	30.75	39.42	9.03	0.17	33.57	33.57
CaO	0.33	0.56	Na ²	0.03	0.74	Na ²	0.01	Na ²	Na ²	Na ²
SO ₄ ¹	1.40	0.35	Na ²	0.04	0.46	0.01	0.04	Na ²	Na ²	Na ²
F ₂	0.70	0.19	0.04	0.04	0.25	Na ²	Na ²	0.04	0.04	0.04
Fe ₂ O ₃ ³	1.41	1.42	0.0009	0.012	1.98	0.24	0.002	0.04	0.06	Cantidad infima
R ₂ O ₃	3.10	3.11	0.013	0.024	4.56	0.37	0.0125	0.0009	0.0098	0.0098
SiO ₂	0.40	0.10	Na ²	0	0.15	0	0	0.0131	0.0114	0.0114

1 Señalado como SO₃.

2 No analizado.

3 Total de impurezas de óxidos metálicos trivalentes (incluyendo al Fe₂O₃).



336087



EJEMPLO 2

- Se introdujo continuamente en la parte superior de una columna de extracción un ácido hidratado obtenido por acidulación de una mena fosfática con ácido sulfúrico, hasta que se aportó un total de 2775 g. También se introdujo continuamente en la columna de extracción una solución extractora orgánica, que pesaba 9650 g y estaba constituida por fosfato tri-n-butílico y N-hexano en una relación volumétrica de 3:1, mezclándose con el ácido. La extracción se llevó a cabo a una temperatura de 20 a 30°C durante un período de 4 horas. El extracto (10.942 g) se retiró continuamente de la porción superior de la columna de extracción y se separó continuamente un material refinado (1.383 g) de la base de la columna. El extracto orgánico fué pasado continuamente a la columna de destilación (sin depurar) y se añadieron 2540 g. de agua continuamente para separar el contenido en P_2O_5 del material orgánico. Se retiró un extracto acuoso de ácido fosfórico (3540 g) continuamente de la base de la columna de destilación mientras que el material orgánico destilado fué reciclado a la columna de extracción.

La concentración de P_2O_5 e impurezas de estas soluciones se muestran en la tabla II.

30.

336087
T A B L A I I



%	Acido de la alimentación (2775 g)	Material orgánico de la alimentación (9650 g.)	Extracción		Destilación	
			Refinado (1383 g)	Extracto (10.942 g.)	Acido pro ducto (3540 g)	Solución orgánica destilada (9700 g.)
P ₂ O ₅ ¹	40.77	1.50	22.10	8.45	24.34	0.68
SO ₄	1.89	0	2.56	0.10	0.13	ND ²
F	0.61	0.03	0.46	0.10	0.10	0.07
CaO	0.042	0	0.098	< 0.0001	0.0001	< 0.0001
Fe ₂ O ₃	1.06	0	1.74	0.043	0.0063	ND ²
Al ₂ O ₃	0.26	0	0.49	0.0007	0.0004	< 0.0004
MgO	0.73	0	1.33	< 0.0001	0.0002	ND ²

¹ Señalado como SO₃

² No detectado

336087



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 norteamericana con el número Ser. 524.272 de 1 de febrero de 1966, y 554.563 de 1 de junio de 1966.
5. /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 DE PURIFICACION DE ACIDO FOSFORICO", caracterizándose por lo siguiente:
 10. 1.- Procedimiento de purificación de ácido fosfórico hidratado, obtenido mediante acidulación con ácido sulfúrico de menas fosfáticas, caracterizado porque comprende poner en contacto dicho ácido hidratado con una solución extractor orgánica, en una relación volumétrica de 1:1 a 1:10 dotada de una solubilidad limitada en aquél, siendo esta relación suficiente para extraer hasta un 85% del P_2O_5 contenido en dicho ácido hidratado, conteniendo la citada solución extractora orgánica un fosfato orgánico seleccionado entre el grupo consistente en fosfatos alquílicos, fosfatos arílicos y fosfatos alquilarílicos diluídos con un disolvente orgánico estando comprendida la relación volumétrica de disolvente orgánico a solución extractora, entre 10:1 a 0,5:1; recuperar un extracto con me-
 - 15.
 - 20.
 - 25.
 - 30.

336087



- nos impurezas que dicho ácido hidratado; poner en con
tacto el referido extracto con agua en cantidades su-
ficientes para separar el contenido en P_2O_5 de dicho
extracto y formar ácido fosfórico; separar una solu-
ción acuosa de ácido fosfórico de la solución extrac-
5. tora orgánica restante; y recuperar, como producto, una
solución de ácido fosfórico dotada de una pureza supe-
rior a la de dicho ácido hidratado.
10. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1,
caracterizado porque se depura el mencionado extracto
recuperado, con un ácido fosfórico acuoso de mayor pu-
reza que el referido ácido hidratado, se separa el ex-
tracto depurado, del ácido fosfórico depurador y este
extracto depurado se pone en contacto con agua para
15. formar ácido fosfórico.
20. 3.- Procedimiento según las reivindicaciones
1 y 2, caracterizado porque dicho extracto orgánico se
depura con el citado ácido fosfórico acuoso en una re-
lación volumétrica de 10:1 a 40:1 y el referido extrac-
to orgánico depurado es destilado con agua en una rela-
ción volumétrica de 5:1 a 12:1.
25. 4.- Procedimiento según las reivindicaciones
1 ó 3, caracterizado porque la relación volumétrica
entre el fosfato orgánico y el disolvente orgánico men-
cionados en dicha solución extractora es de 3:1 y la
relación volumétrica entre la citada solución y el áci-
do hidratado es de 4:1.
30. 5.- Procedimiento según cualquiera de las rei-
vindicaciones 1 a 4, caracterizado porque el fosfato or-
gánico es fosfato tri-n-butílico y el disolvente orgáni-

336087 26 BE



co es queroseno.

6.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque el disolvente orgánico es N-hexano.

5. 7.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque el referido ácido hidratado se trata antes de su extracción con la citada solución extractora orgánica, añadiendo una sal cálcica y una sal sódica solubles en aquélla, para precipitar fluorsilicato sódico y sulfato cálcico, se separa el precipitado del ácido sobrenadante y éste último es seguidamente puesto en contacto con dicha solución extractora orgánica.

10. 8.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque dicho ácido fosfórico acuoso se parado de la mencionada solución extractora orgánica restante se calienta a una temperatura de 110 a 150°C para vaporizar cualquier contenido en flúor presente en el mismo, antes de la recuperación de la solución de ácido fosfórico.

20. 9.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado porque la solución recuperada de ácido fosfórico se trata con carbón vegetal activo.

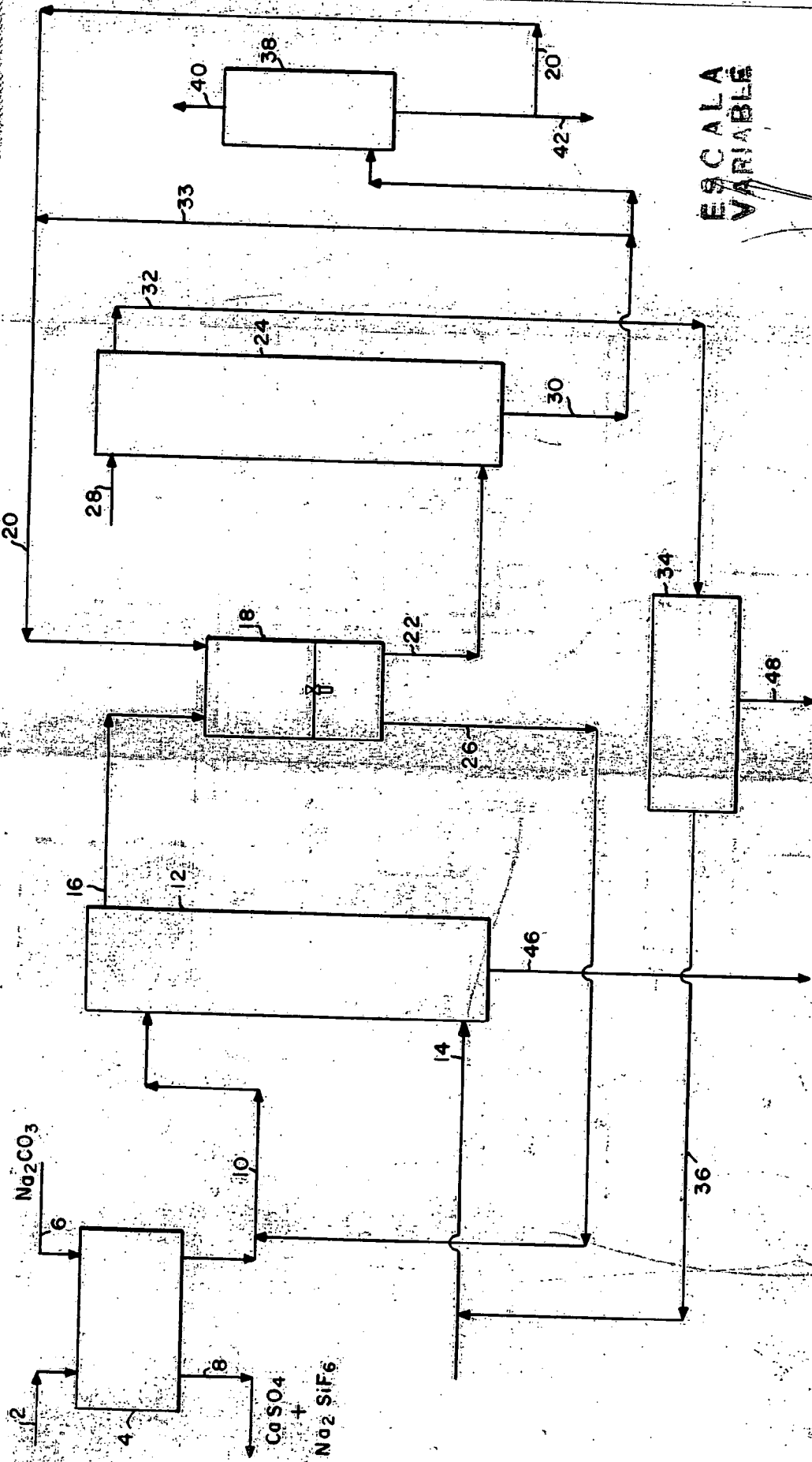
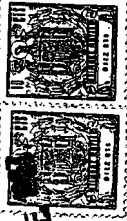
25. 10.- "Procedimiento de purificación de ácido fosfórico", tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria y en el dibujo adjunto.

Esta memoria consta de veintiuna hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,
FMC CORPORATION.
J. GOMEZ ACEBO Y MODEI
p. p. Firmador: F. Hernández Rula

26 BE 131

430087



ESCALA VARIABLE

METRIC 20 DEC 1957

J. GOMEZ ACEBO Y MOJER
Ingeniero. E. Hernández Roldán