

P-34.305

File No. P/904.62

Spain



336363

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud
de

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

formulada el 2 de Febrero de 1967, con el núm. 336.363

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de THE LUBMUS COMPANY, entidad norteamericana, establecida en 395 Madison Avenue, Nueva York, N.Y. Estados Unidos de América, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE ACIDO FOSFORICO"

Este invento se refiere a un procedimiento para la fabricación de ácido fosfórico. En particular, este invento se refiere a un procedimiento en húmedo para la fabricación de ácido fosfórico, en el cual se digiere fosfato de calcio mineral con ácido fosfórico, y el producto es hecho reaccionar con ácido sulfúrico para producir sulfato de calcio y ácido fosfórico.

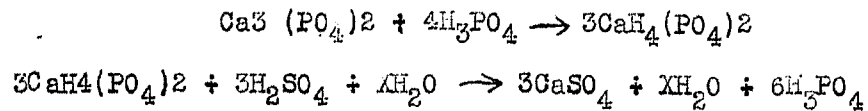
En un aspecto particularmente deseable, este invento considera un procedimiento para la producción de ácido fosfórico, que comprende en combinación, las operaciones de ha



cer reaccionar de manera continua fosfato tricálcico fina--
mente dividido con ácido fosfórico en exceso a una tempera-
tura entre aproximadamente 70° y aproximadamente 80° C, para
formar de esta manera una suspensión de digestión de fosfa-
to monocálcico en dicho ácido, retirar de manera continua -
5 dicha suspensión de digestión, e introducirla de manera con-
tinua en una suspensión de formación de nucleos de hemihí-
drato de sulfato de calcio y fosfato monocálcico en ácido -
fosfórico, añadir continuamente ácido sulfúrico a dicha sus-
10 pensión de formación de nucleos a una velocidad adecuada pa-
ra proporcionar ácido sulfúrico en una cantidad que corres-
ponda a entre 50 y 85% del equivalente estequiométrico del
fosfato monocálcico introducido en dicha suspensión de di-
gestión, retirar de manera continua dicha suspensión de for-
15 mación de nucleos e introducirla de manera continua en una
suspensión de reacción de hemihidrato de sulfato de calcio
en ácido fosfórico, añadir de manera continua ácido sulfúri-
co a dicha suspensión de reacción a una velocidad adecuada
para suministrar ácido sulfúrico en una cantidad que corres-
20 ponda sustancialmente al equivalente estequiométrico de fos-
fato monocálcico introducido en dicha suspensión de forma-
ción de nucleos; retirar de manera continua dicha suspen-
sión de reacción, y recuperar de la misma un filtrado que -
consiste esencialmente en ácido fosfórico.

25 Las reacciones que tienen lugar en un procedimiento -
en húmedo de ácido fosfórico del tipo anterior, pueden ser
descritas por las siguientes ecuaciones:

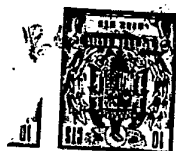
336363



5 En la primera reacción, el fosfato mineral es digerido por el ácido fosfórico con formación de monofosfato de calcio o fosfato monocalcico. En la segunda reacción, el monofosfato de calcio o fosfato monocalcico reacciona con ácido sulfúrico para producir ácido fosfórico, (en exceso sobre la cantidad utilizada para la digestión del mineral), y sulfato de calcio. El sulfato de calcio puede estar en la forma de sulfato de calcio anhidro, hemihidrato o dihidrato, dependiendo de la temperatura del reactor y de la concentración de ácido. Así, el valor de X en la segunda ecuación -- puede ser 0, 1/2 ó 3.

15 Bajas temperaturas y bajas concentraciones de ácido favorecen la formación de cristales de dihidrato. Altas temperaturas y altas concentraciones de ácido dan como resultado inicialmente la producción de cristales de hemihidrato -- que, según se desee o a voluntad, pueden ser deshidratados hasta cristales de sulfato de calcio anhidro.

20 Los procedimientos de ácido fosfórico prácticos más corrientes son aquellos en que el sulfato de calcio se produce en la forma de dihidrato. El tipo de procedimientos de dihidrato adolece, sin embargo, de un cierto número de desventajas. Entre éstas se puede mencionar el hecho de que -- las temperaturas comparativamente bajas, que se deben utilizar, tienden a dar como resultado una digestión lenta o incompleta del mineral, lo cual a su vez retarda la reacción con ácido sulfúrico y da también como resultado pérdidas de cantidades de P_2O_5 , en virtud del recubrimiento con sulfato



de calcio insoluble de las partículas que no han sido digeridas. El ritmo lento de reacción, a su vez, necesita largos tiempos de retención, comunmente de 4 a 8 horas, dando como resultado una gran cantidad de materiales en proceso, y requiriendo grandes volúmenes de reactor.

También, en los procedimientos de dihidrato, la reacción con ácido sulfúrico es altamente exotérmica, y se deben crear medios para enfriar la suspensión, para que ésta no sobrepase la temperatura de transición y produzca el hemihidrato de sulfato de calcio en lugar del dihidrato.

Además, se ha encontrado en la práctica que el tipo de procedimientos de dihidrato es economicamente incapaz de producir ácido fosfórico en una concentración más alta de aproximadamente 32% de equivalentes de P_2O_5 . Consiguientemente, cuando se requiere ácido más concentrado, es necesario recurrir a subsiguientes procedimientos de evaporación. Considerando que el ácido fosfórico concentrado es un material muy higroscopico, dicha concentración por evaporación tiende a ser difícil y costosa en términos de consumo de combustible.

Además, determinadas impurezas originalmente presentes en el mineral tienden a ser arrastradas en el producto cuando la concentración de ácido es baja, tal como en el ácido del procedimiento de dihidrato, son insolubles en ácido más concentrado y de esta manera podrían ser eliminadas con el sulfato de calcio, si el ácido de producto estuviera más concentrado.

No se experimentan, en general, las anteriores dificultades cuando se utiliza un procedimiento de hemihidrato. El tipo de procedimiento de hemihidrato emplea temperaturas



más altas, lo cual facilita la digestión rápida y completa del mineral. No es necesario enfriar la suspensión, ya que las altas temperaturas producidas por reacción con el ácido sulfúrico son en realidad beneficiosas. Estas aseguran -
5 que se produzca la forma deseada de sulfato de calcio, y -- también aceleran la reacción, reduciendo de esta manera el tiempo requerido de permanencia en el reactor, y haciendo - mínima la inversión de capital necesaria para un volumen de producción dado.

10 Los procedimientos de hemihidrato son también capaces de producir un producto de ácido más concentrado, del orden de 40 a 45% de P_2O_5 , lo cual elimina o reduce el costo de la subsiguiente evaporación, y tiende a precipitar las impurezas, de manera que estas sean separadas por filtración con
15 el sulfato de calcio.

Sin embargo, también se han experimentado ciertas dificultades con el tipo de procedimientos de hemihidrato, -- las cuales hasta ahora han impedido una aceptación más amplia de este tipo de procedimiento. Se han experimentado di-
20 ficultades de formación de espuma en la etapa del reactor, las cuales pueden ser mitigadas solo por utilización de agentes antiespumantes. Dicha formación de espuma, al menos reduce la capacidad efectiva del equipo y, todavía peor, da - como resultado derrames, riesgos contra la salud, y una seria interferencia con las reacciones químicas deseadas.
25

También, el tipo de procedimientos de hemihidrato ha sido obstaculizado hasta ahora por una molesta dificultad - causada por las características del precipitado de sulfato de calcio. Para el éxito del procedimiento es esencial pro-
30 ducir un cristal de hemihidrato estable y susceptible de --



ser filtrado fácilmente. Esto es esencial a causa de que los cristales inestables pueden hidratarse y formar una costra sobre la torta de filtro cuando se lava. Con lavados sucesivos, la costra se endurece y se reducen de manera drástica las velocidades de filtración. En una tal situación, el sistema de reacción sobrecarga rápidamente el equipo de filtración. También, la formación de costras reduce la eficacia de lavado, y el rendimiento de extracción global del procedimiento resulta gravemente perjudicado.

Una nueva desventaja de los procedimientos conocidos de ácido fosfórico consiste en que son incapaces de producir altos rendimientos de ácido de alta concentración a partir de minerales de calidad relativamente baja, excepto por utilización de relaciones de reciclado antieconómicamente altas, que aumentan la cantidad de materiales en proceso, y reducen correspondientemente la eficacia de utilización del equipo.

Por lo tanto, un objeto de este invento es crear un procedimiento mejorado para la fabricación de ácido fosfórico.

Otro objeto es crear un procedimiento caracterizado por una velocidad y una eficacia de digestión mejoradas.

Todavía otro objeto más es el de crear un procedimiento de ácido fosfórico caracterizado por velocidad y eficacia de reacción mejoradas en la etapa del reactor.

Un objeto adicional es el de crear un procedimiento, en el cual no es necesario disponer refrigeración de la suspensión del reactor.

Todavía otro objeto más es el de crear un procedimiento capaz de producir ácido fosfórico con una concentración



por encima de 40% de P_2O_5 , antes de cualquier concentración por evaporación.

Otro objeto es el de crear un procedimiento capaz de producir ácido fosfórico de pureza mejorada.

5 Un objeto adicional es el de crear un procedimiento de ácido fosfórico en el que los problemas de formación de espuma son mínimos.

Otro objeto es el de crear un procedimiento en el ---
10 cual se producen cristales de sulfato de calcio, en una forma estable y susceptible de ser filtrada fácilmente.

Un objeto adicional es el de crear un procedimiento que puede ser utilizado con fosfato mineral procedente de cualquier manantial u origen dado, para lograr altos rendimientos y alta concentración de ácido de producto, con exigencias de cantidad de materiales en proceso menores que en --
15 otros procedimientos de hemihidrato.

Otros objetos y ventajas resultarán evidentes a partir de la siguiente descripción más completa y de las reivindicaciones, y por referencia a los dibujos anejos, que se describen seguidamente.
20

El procedimiento de este invento cae dentro de la categoría general de un procedimiento de ácido fosfórico del tipo de "hemihidrato", desde el punto de vista de que el --
25 sulfato de calcio es precipitado en la forma de cristales de hemi-hidrato. Sin embargo, posee un cierto número de características que lo distinguen de los procedimientos de -- ácido fosforico de hemihidrato que se han practicado hasta ahora.

La operación de digestión se realiza haciendo reaccionar
30 fosfato tricalcico en forma finamente dividida con un exce-

22 M



so de ácido fosfórico. El fosfato tricálcico es, por ejemplo, fosfato mineral triturado, del cual al menos el 70 a 85% -- tiene un tamaño más pequeño que 74 micras. El ácido fosfórico sirve a la vez como reaccionante y como medio de reacción, constituyendo la fase líquida de la suspensión de digestión. La concentración del ácido fosfórico no es crítica, pero para mantener una concentración de ácido de producto al menos de 40% de P_2O_5 , es necesario utilizar un ácido bastante concentrado, por ejemplo de aproximadamente 30% de P_2O_5 , que puede ser apropiadamente ácido moderadamente caliente reciclado del primer lavado, en el extremo de filtración de la conducción.

La cantidad de ácido fosfórico tampoco es crítica, con tal que sea suficiente para reaccionar con el fosfato tricálcico, y suficiente, además, para formar una suspensión fluida con el producto de fosfato monocálcico que resulta de la reacción de digestión.

Aunque la cantidad de ácido fosfórico utilizado en la etapa de digestión no es crítica, en el sentido de que se puede utilizar si se desea un considerable exceso, no obstante, es muy ventajoso emplear cantidades comparativamente limitadas, ya que la utilización de grandes excesos de ácido fosfórico de producto reciclado aumenta la carga de circulación del sistema y la cantidad de materiales en proceso, disminuyendo de esta manera la capacidad efectiva del equipo, y aumenta también la cantidad de calor que debe ser suministrado con el fin de mantener la etapa de digestión a las temperaturas requeridas. También, la utilización de grandes cantidades de ácido fosfórico de producto reciclado aumenta el contenido de agua circulante del sistema, hacien



do más difícil mantener la alta concentración de P_2O_5 deseada en el ácido de producto.

5 Uno de las ventajas significativas del procedimiento de este invento es, por lo tanto, el hecho de que hace posible la utilización de cantidades mucho más pequeñas de ácido fosfórico de producto reciclado que las que se han requerido, de acuerdo con los procedimientos empleados hasta ahora, para la producción de ácido fosfórico. En la práctica, se ha encontrado que se obtienen resultados óptimos cuando
10 la cantidad de ácido fosfórico suministrada a la digestión, con una concentración de aproximadamente 30% de P_2O_5 , es -- tal que la relación entre P_2O_5 (ácido): P_2O_5 (Mineral) está entre aproximadamente 1,9 y aproximadamente 2,6.

15 La operación de digestión se realiza preferiblemente a una temperatura entre aproximadamente 70 y 80°C, y la suspensión de digestión puede ser mantenida apropiadamente a una temperatura dentro de este margen precalentando el ácido fosfórico reciclado antes de introducirlo en el recipiente en el que se lleva a cabo la digestión. Otro método de
20 mantener la temperatura apropiada consiste en reciclar suspensión caliente de reactor (que es calentada por la reacción exotérmica entre el ácido sulfúrico y el fosfato monocálcico) en el recipiente de digestión, tal como se describe seguidamente de manera más completa. Otros métodos de
25 calentar la suspensión de digestión, por ejemplo mediante serpentines de vapor de agua, envolventes de vapor de agua y similares, son también realizables, aunque no son económicos en la práctica, y normalmente se genera suficiente calor en las suspensiones de formación de núcleos y de reacción para satisfacer las necesidades de la operación de di-

336363



gestión.

Se puede esperar que tenga lugar alguna formación de espuma durante la reacción de digestión, debido a la presencia de carbonatos y materia orgánica en el fosfato mineral, pero esta espuma es fácilmente rota o destruida por agitación apropiada, y es totalmente distinta de las espumas resistentes producidas en la etapa de "reacción" (es decir la etapa en la que se introduce H_2SO_4), en los procedimientos de dihidrato convencionales.

Las dimensiones del recipiente de digestión están relacionadas preferiblemente con la velocidad de introducción de fosfato mineral y ácido fosfórico de reposición, de manera que el tiempo medio de permanencia de los reaccionantes en el recipiente de digestión sea de aproximadamente 10 a 25 minutos. A las temperaturas indicadas, y utilizando mineral triturado hasta el grado de finura antes mencionado, este periodo de permanencia es suficiente ordinariamente para lograr una conversión virtualmente cuantitativa del fosfato tricálcico del mineral en fosfato monocálcico.

El producto de la reacción de digestión es una suspensión de fosfato monocálcico en ácido fosfórico. Una porción de la suspensión es retirada de manera continua del recipiente de digestión, a una velocidad apropiada para mantener un nivel sustancialmente constante en el recipiente de digestión, y la suspensión de digestión retirada es introducida continuamente en una suspensión de formación de núcleos, contenida en un segundo recipiente (o una segunda cámara de un recipiente de múltiples cámaras).

La composición de la suspensión de formación de núcleos es esencialmente la que resulta de la reacción de la



suspensión de digestión con una cantidad de ácido sulfúrico que asciende a entre aproximadamente 50 y aproximadamente - 85% de la requerida teóricamente para reaccionar con el fosfato monocálcico en la suspensión de digestión. Por lo tanto esta contiene sulfato de calcio, y fosfato monocálcico residual como constituyentes sólidos de la suspensión, y -- ácido fosfórico como fase líquida. Se ha de sobreentender -- aquí, igual que en toda la presente memoria y en las reivindicaciones, que la composición de la suspensión tal como se describe anteriormente está algo idealizada, ya que el procedimiento es continuo y las reacciones requieren un periodo de tiempo finito para llegar a completarse. Así en la -- suspensión de formación de núcleos, en cualquier instante -- dado, existe presente una cantidad secundaria de ácido sulfúrico que todavía no ha reaccionado con fosfato monocálcico. Lo mismo ocurre con la suspensión de reacción. Sin embargo, por razones de brevedad, dichas cantidades secundarias y transitorias de sustancias inherentemente inestables en el medio no han sido consideradas ni en la memoria ni en las reivindicaciones.

La concentración del ácido sulfúrico utilizado en la operación de formación de núcleos, así como del utilizado -- en la operación de reacción subsiguiente, puede variar dentro de un margen considerable. Se puede utilizar ácido sulfúrico con una concentración cualquiera dentro del margen -- de 60% a 93% (en peso) para la realización ilustrada en la figura 1 de los dibujos, y se puede utilizar un ácido con -- una concentración cualquiera entre 60% y 98% para las realizaciones mostradas en las figuras 2 y 3 (en las que el ácido sulfúrico es mezclado con ácido fosfórico de reciclado --



antes de ser introducido en la suspensión). La elección de la concentración de ácido afecta al balance de agua, y es parcialmente dependiente de la calidad del fosfato mineral que está siendo tratado (es decir del contenido de P_2O_5 del mismo). Esta flexibilidad en la concentración de ácido constituye una clara ventaja del procedimiento de acuerdo con el invento, ya que proporciona un medio de controlar el contenido de agua del sistema, y/o de seleccionar la concentración de ácido sobre la base de consideraciones exteriores, tales como la disponibilidad de ácido de subproducto o ácido recuperado para otros procedimientos, etc.

De acuerdo con un aspecto importante del invento, se controlan cuidadosamente las condiciones en la suspensión de formación de núcleos, para producir núcleos de hemihidrato de sulfato de calcio que dan como resultado la formación de un precipitado, estable y fácilmente filtrado, de hemihidrato de sulfato de calcio. Estas condiciones son empíricas en una extensión muy considerable, y es difícil establecer o formular principios generales en cuanto a las condiciones que produzcan la forma deseada de los núcleos. Sin embargo, se ha encontrado que, cuando la temperatura de la suspensión de digestión entrante está entre aproximadamente 70 y 80°C, y la temperatura de la masa de la suspensión de formación de núcleos está entre aproximadamente 104 y aproximadamente 116°C, y el ácido sulfúrico añadido al fosfato monocálcico entrante es equivalente a entre aproximadamente 50 y 85% de las necesidades estequiométricas para convertir el fosfato monocálcico, la reacción del ácido sulfúrico, añadido de manera continua, con el fosfato monocálcico da como resultado la producción de un hemihidrato de



sulfato de calcio que es susceptible de ser filtrado fácilmente y es estable frente al lavado con agua. No están establecidas completamente las razones exactas de esto, pero se cree que las características del precipitado cristalino están establecidas en gran parte en el momento crítico en el que se empiezan a formar los núcleos de cristales, y que la formación de los núcleos está afectada de manera profunda por el medio en que dicha formación tiene lugar.

Aunque la finalidad primordial de la operación de formación de núcleos es la de crear las condiciones de cristalización incipiente que den como resultado eventualmente un precipitado estable y susceptible de ser filtrado, es inherente a la naturaleza del procedimiento que también tenga lugar en el depósito de formación de núcleos algo de la precipitación real. Esto no es perjudicial, y puede ser útil o valioso por el hecho de que proporciona un suministro de -- cristales de hemihidrato en la suspensión de formación de -- núcleos, que pueden servir como "modelos" para la formación del tipo de núcleos deseados.

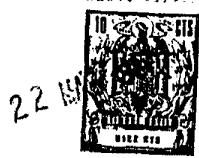
Sin embargo, la precipitación del hemihidrato de sulfato de calcio no puede completarse en la suspensión de formación de núcleos, por la simple razón de que cantidades de ácido sulfúrico mayores de aproximadamente 85% de la estequiométrica no pueden ser utilizadas de manera satisfactoria en la suspensión de formación de núcleos. Cantidades mayores de aproximadamente 85% (o menores de aproximadamente 50%) de la estequiométrica dan como resultado la formación de una forma menos deseable de hemihidrato de sulfato de -- calcio. Por lo tanto, es necesario completar la reacción entre el fosfato monocálcico y el ácido sulfúrico en una eta-



pa separada de "reacción", tal como se describe seguidamente.

Además, con respecto a la operación de formación de núcleos, son importantes las temperaturas relativas de la masa de la suspensión de formación de núcleos y de la suspensión de digestión entrante. De acuerdo con el procedimiento de este invento, hay una diferencia de temperaturas de aproximadamente 24-46°C entre la temperatura de la suspensión de digestión (70 a 80°C) y la temperatura de la masa principal de suspensión de formación de núcleos (104-116°C). Esta diferencia de temperaturas es un factor primordial que influye sobre el tipo de núcleos formados.

La reacción de fosfato monocálcico con ácido sulfúrico se completa en la suspensión de reacción. La suspensión de reacción (sin tener en cuenta la presencia transitoria de reaccionantes, tal como se indica anteriormente) consiste esencialmente en una dispersión de hemihidrato de sulfato de calcio en ácido fosfórico. La suspensión de formación de nucleos es retirada de manera continua del recipiente de formación de nucleos, y es introducida en la suspensión de reacción. Simultáneamente, se introduce de manera continua ácido sulfurico en la suspensión de reacción a una velocidad tal que se suministra sustancialmente el equivalente estequiométrico para reaccionar con el fosfato monocálcico introducido por medio de la suspensión entrante de formación de núcleos. Se puede utilizar un pequeño exceso (por ejemplo de 1 a 2 %) sobre la cantidad teórica, con el riesgo de tener presente una cantidad secundaria de ácido sulfúrico como impureza en el ácido de producto, o se puede utilizar un ligero defecto, del mismo orden de magnitud, que impida



la aparición de ácido sulfúrico en el producto, pero que --
puede dar también como resultado una pérdida correspondiente
de cantidades de P_2O_5 que son separadas por filtración con -
el sulfato de calcio, en la forma de fosfato monocálcico --
5 sin reaccionar. En general, se prefiere añadir ácido sulfú-
rico a la suspensión de reacción en cantidades lo más exac-
tamente equivalentes que sea posible a las cantidades de fos-
fato monocálcico introducidas por medio de la solución en--
trante de formación de núcleos.

10 La suspensión de reacción es retirada de manera conti-
nua a una velocidad apropiada para mantener aproximadamente
constante el nivel en el recipiente de suspensión de reac-
ción, y es filtrada. La filtración, que puede ser continua
o discontinua, se realiza de manera convencional, y no nece-
15 sita ser descrita con detalle. De acuerdo con la práctica -
convencional, se realizará ordinariamente sobre un filtro -
de bandeja rotatoria horizontal o similar, y se lavará tres
veces, utilizando cada vez un volumen de líquido de lavado
aproximadamente igual al volumen de la torta de filtro. El
20 primer líquido de lavado es ácido fosfórico diluido que ha
pasado una vez a través de una torta de filtro, en el segun-
do lavado de un ciclo anterior. El segundo líquido de lava-
do es un ácido fosfórico más diluido que resulta del tercer
lavado de un ciclo previo. El tercer líquido de lavado es
25 agua. Después de pasar a través de la torta, el primer lí-
quido de lavado es un ácido bastante concentrado (aproxima-
damente 30%), que puede ser reciclado y utilizado para la -
digestión de fosfato mineral de nueva aportación, tal como
se indica anteriormente.

30 Dentro del esquema general del procedimiento de este



invento que se acaba de describir, son posibles numerosas -
variaciones y mejoras, algunas de las cuales se describen -
seguidamente con más detalle.

Refiriéndose ahora a las figuras:

5 La figura 1 es un diagrama de flujo de una realiza---
ción del procedimiento de este invento.

La figura 2 es un diagrama de flujo de otra realiza--
ción del invento.

10 La figura 3 es un diagrama de flujo de una tercera --
realización del invento.

Refiriéndose ahora de manera más particular a la figu
ra 1, se alimenta en el digestor 10 fosfato mineral, del --
cual aproximadamente el 70 a 85% pasa por el támiz de 74 mi
15 cras de abertura de malla. En este digestor, se añade al mi
neral ácido fosfórico de reciclado al 30% de P_2O_5 , moderada
mente caliente, procedente de la operación de lavado, a tra
vés de la conducción de reciclado 12. La corriente de reci-
clado de ácido fosfórico es precalentada por intercambio de
20 calor o cualquier otro medio apropiado, indicado generalmen
te por 14, a una temperatura suficiente para mantener la --
temperatura de funcionamiento en el digestor 10 a un nivel
entre aproximadamente 70 y 80°C.

El tiempo de permanencia en el digestor 10 puede va--
riar entre aproximadamente 10 y 25 minutos, dependiendo de
25 la naturaleza del fosfato mineral. Es importante asegurar
altos rendimientos de extracción, para que el mineral sea
digerido lo más completamente posible en esta etapa del pro
cedimiento. Es deseable una rápida agitación, por ejemplo -
por utilización de un agitador de turbina, para asegurar --
una digestión completa.

30

336363



La suspensión procedente del digestor 10, fluye de -
manera continua dentro del recipiente de formación de nú-
cleos 16. Se añade ácido sulfúrico de una concentración en
tre aproximadamente 60% y 95% de H_2SO_4 al recipiente de --
5 formación de núcleos, a una velocidad tal que el ácido sul-
fúrico es suministrado en cantidad suficiente para reaccio-
nar con 50 a 85% del fosfato monocálcico que penetra en el
recipiente de formación de núcleos a través de la conduc--
ción 18, en forma de fracción de rebose del digestor. El -
10 recipiente de formación de núcleos es calentado por el ca-
lor de la reacción exotérmica, y es mantenido a una tempera-
tura entre aproximadamente 104 y aproximadamente 116°C. El
contenido del recipiente de formación de núcleos es retira-
do de manera continua a través de la conducción 20. Las ve-
15 locidades de alimentación a través de la conducción 18 y -
de descarga a través de la conducción 20 están relaciona--
das con el nivel mantenido en el recipiente de formación -
de nucleos, con el fin de mantener sustancialmente constan-
te el nivel y proporcionar un tiempo medio de permanencia
20 en este recipiente de 10 a 25 minutos. En el recipiente de
formación de nucleos, el ácido sulfúrico reacciona con 50
a 85% del fosfato monocálcico, y produce en primer lugar -
núcleos de cristales, y después una porción de los crista-
les de hemihidrato de sulfato de calcio.

25 El material, retirado del recipiente de formación de
nucleo a través de la conducción 20, es alimentado al reci-
piente de reacción 22. Se añade ácido sulfúrico adicional
al contenido del recipiente de reacción 22 a través de la
conducción 24, en cantidad sustancialmente equivalente, pa-
30 ra reaccionar con el fosfato monocálcico introducido en el



mismo como fosfato monocálcico sin reaccionar que permanece en la suspensión de formación de núcleos.

5 Bajo condiciones de agitación eficaz en todas las etapas de reacción, la reacción de ácido sulfúrico con el fosfato monocálcico está esencialmente completa en el recipiente de reacción 22, manteniendo una temperatura de 93 a 116°C, y un tiempo de permanencia de 10 a 25 minutos. En algunos casos, puede ser deseable añadir un segundo recipiente de reacción 26 mantenido a una temperatura de 93 a 116°C, y con velocidades de circulación ajustadas para mantener un tiempo medio de permanencia en el recipiente de reacción 26 de 10 a 25 minutos. Este tiempo de permanencia adicional permite nueva oportunidad para que la reacción llegue a completarse, y algunas veces es útil con materiales de fosfato mineral de granulación más gruesa, o de reactividad menor de la usual.

10 La suspensión del recipiente de reacción 22 (o del recipiente 26, si se utiliza) es hecha pasar al filtro 28, en el cual se obtiene el ácido de producto por filtración y lavado de los cristales de hemihidrato.

15 La cantidad de ácido fosfórico reciclado de la operación de filtración a la etapa de digestión a través de la conducción 12 puede variar dependiendo del manantial de mineral y del balance de agua en el sistema. En la mayor parte de los casos, la cantidad reciclada corresponde a entre 1,9 y 2,6 kg de P_2O_5 por kg de P_2O_5 contenido en el mineral. El ácido reciclado puede tener una concentración entre --- aproximadamente 30 y aproximadamente 40% de P_2O_5 . La adición total de ácido sulfúrico en el recipiente de formación de núcleos 16 y en el recipiente de reacción 22 es esencial



mente estequiométrica.

Este método de trabajo da buena recuperación de cantidades de P_2O_5 , hasta de aproximadamente 97%, y proporciona excelentes velocidades de filtración, que suera a los
5 4.480 litros por hora y por m^2 de superficie de filtro.

La figura 2 ilustra una mejora del procedimiento que se ilustra en la figura 1. El procedimiento de acuerdo con la figura 2 es similar al de la figura 1, excepto en el hecho de que el ácido fosfórico es reciclado desde la etapa
10 de filtración, no solo a la digestión, sino también a una cámara de dilución en la que es utilizado para diluir el ácido sulfúrico, antes de que el último sea alimentado a las etapas de formación de núcleos y de reacción.

Se ha encontrado que la producción de núcleos, que
15 dan como resultado una forma estable y susceptible de ser filtrada de hemihidrato de sulfato de calcio, es favorecida por condiciones que activan la ionización del ácido sulfúrico. Se puede favorecer la ionización utilizando ácido sulfúrico diluido con agua, en el procedimiento de acuerdo
20 con la figura 1. Sin embargo, es más eficaz y descable emplear para esta finalidad algo del agua que ya está en el sistema, en lugar de introducir agua adicional en la forma de ácido sulfúrico diluido. La velocidad de reciclado de ácido a la cámara de dilución a través de la conducción 30, así como del reciclado a la digestión a través de la conducción 12, pueden variar dependiendo del manantial del mineral y del balance de agua. Por ejemplo, el procedimiento de acuerdo con la figura 2, al utilizar fosfato mineral de
25 Florida con 0,45 kg de P_2O_5 por kg de mineral en la conducción 12, y 0,15 kg de P_2O_5 por kg de mineral en la conduc-
30 ción 12, y 0,15 kg de P_2O_5 por kg de mineral en la conduc-



ción 30, produce un ácido de producto de 40 a 45% de P_2O_5 , con rendimientos hasta de 97%, con buenas velocidades de filtración y lavado.

5 No existe límite inferior para la cantidad de ácido fosfórico reciclado de esta manera a las etapas de formación de núcleos y de reacción, siendo opcional dicho reciclado en cualquier caso. Sin embargo, son indeseables cantidades excesivas de reciclado, no solo porque aumentan in debidamente la carga de circulación, sino también porque 10 pueden afectar desfavorablemente a las condiciones en la cámara de formación de núcleos y por ello pueden dar como resultado la producción de una forma menos deseable de núcleos y de sulfato de calcio precipitado. Específicamente, se debe tener en cuenta el hecho de que el reciclado de 15 ácido fosfórico a la cámara de formación de nucleos aumenta la cantidad de agua en la misma. También se introduce agua con la suspensión de digestión introducida en la cámara de formación de núcleos, y con el ácido sulfúrico, en 20 cantidades que dependen de la concentración de ácido utilizado. Cuando la cantidad de agua resulta excesiva, dependiendo de las temperaturas mantenidas en el sistema y en el 25 filtro, hay peligro de producir cristales de dihidrato de sulfato de calcio, en lugar del hemihidrato deseado. La producción de cristales de dihidrato es muy indeseable de acuerdo con el procedimiento de este invento, ya que 30 interfiere gravemente con la subsiguiente filtración, disminuyendo la velocidad de filtración y necesitando una cantidad excesiva de agua de lavado, que diluye el ácido de producto. Se ha encontrado que se puede evitar esta dificultad, cuando se trabaja a la temperatura recomendada en la zona



de formación de núcleos- es decir de 93 a 116°C, mantenien
do una concentración de ácido fosfórico en la zona de for-
mación de núcleos no menor de aproximadamente 30%. Se podría
cumplir teóricamente con esta limitación reciclando gran--
5 des cantidades de ácido fosfórico, por ejemplo a una concen-
tración de 30 a 40% de P₂O₅, pero solo a costa de emplear
cargas de circulación muy grandes, y de enfriar la zona de
formación de núcleos en una extensión tal que su calor exo
térnico sería insuficiente en la mayor parte de los casos
10 para mantener temperaturas de trabajo apropiadas. En opera-
ciones prácticas, por lo tanto, se debe cumplir con la exi
gencia de mantener la formación de núcleos a una concentra-
ción mínima de 30% de P₂O₅, limitando la entrada de agua -
en el sistema, restringiendo la cantidad de ácido fosfórico
15 reciclado y/o utilizando ácido sulfúrico de concentración
suficientemente alta para limitar la entrada de agua, y --
evitando la utilización de ácido fosfórico de reciclado ex
cesivamente diluido. También, cuando la concentración de -
ácido fosfórico en la zona de formación de núcleo está cer
20 ca del límite inferior de 30%, es aconsejable usualmente -
trabajar a temperaturas en la porción superior del margen
de 93 a 116°C, en lugar de en la porción inferior del mis-
mo, para hacer mínimo cualquier efecto de variaciones loca
les de temperatura. En la práctica, cuando se trabaja de -
25 acuerdo con las condiciones de temperatura. concentración
de ácido, etc. que se han indicado en toda esta memoria, -
es apropiado un reciclado de ácido fosfórico al 30% en una
cantidad equivalente a aproximadamente 0,45 - 0,47 kg de -
P₂O₅ por kg de P₂O₅ en el fosfato mineral, aunque este mar
30 gen se puede prolongar hacia arriba o hacia abajo para com



pensar las condiciones obtenidas en la cámara de formación de núcleos, de acuerdo con los criterios arriba indicados.

Otra mejora del procedimiento está ilustrada en la figura 3. El procedimiento de acuerdo con la figura 3 es similar al de la figura 2, excepto en que una porción del contenido del recipiente de reacción es reciclada a la etapa de digestión, además del ácido del filtrado reciclado al mismo a través de la conducción 12. La finalidad principal de dicho reciclado es la de proporcionar utilización eficaz del calor de reacción contenido en la suspensión del recipiente de reacción. La temperatura de equilibrio de la suspensión de digestión en ausencia de calor añadido estaría en la proximidad de 43°C. Para una digestión eficaz de acuerdo con el presente invento, esta temperatura debe ser elevada hasta un nivel entre 70 y 80°C. Esto se puede efectuar calentando el ácido de reciclado en la conducción 12 (de acuerdo con los procedimientos de las figuras 1 y 2), o más eficazmente reciclando una porción de la suspensión de reacción procedente del recipiente de reacción 22 a través de la conducción 32.

La cantidad de suspensión reciclada a la etapa de digestión en la realización del invento de acuerdo con la figura 3, puede variar dentro de un considerable margen. Sin embargo, se ha encontrado que bajo las condiciones usuales, se obtienen los mejores resultados cuando la cantidad de suspensión reciclada de esta manera es adecuada para proporcionar entre aproximadamente 1,5 y aproximadamente 3 kg de P_2O_5 por kg de P_2O_5 en el mineral, además de los 1,9 a 2,6 kg de P_2O_5 suministrado como ácido fosfórico. Velocidades de reciclado de suspensión por debajo del margen men--



5 cionado no son generalmente suficientes para mantener la -
 temperatura del recipiente de digestión dentro del margen
 de temperaturas deseado, mientras que relaciones de reci-
 clado de suspensión mayores de aproximadamente 8 kg de ---
 P₂O₅ por kg de P₂O₅ en el mineral aumentan simplemente la
 carga de circulación en el sistema.

10 El reciclado de suspensión a la cámara de digestión
 de la manera que se acaba de describir sirve también para
 otra finalidad, ya que sirve para hacer mínimo el efecto -
 de las variaciones locales de temperatura, sirviendo en --
 efecto como "volante" para estabilizar las temperaturas de
 trabajo. Por la misma razón, si se desea, la suspensión --
 puede ser reciclada parcialmente desde la cámara o cámaras
 de reacción a la etapa de formación de núcleos.

15 Las figuras 1, 2 y 3 ilustran las operaciones del --
 procedimiento de este invento en forma de esquema de flujo.
 En la práctica real, el procedimiento se puede llevar a ca
 bo en una serie de depósitos conectados mediante aliviade-
 ros de rebose apropiados, tuberías de conexión apropiadas,
 etc, pero el invento no está limitado a ningún aparato par
 20 ticular.

Con el fin de ilustrar más completamente la naturale
 za de este invento y la manera de practicarlo, se presen--
 tan los siguientes ejemplos:

25 Ejemplo I.- En un procedimiento de acuerdo con la --
 realización del invento ilustrada en la figura 1, se ali-
 mentó fosfato mineral triturado al recipiente de digestión
 10 a una velocidad de alimentación de 1,1 kg/hora, y fue -
 digerido con ácido fosfórico de reciclado, suministrado a
 la velocidad de 0,77 kg por hora de P₂O₅. Se mantuvo en --
 30

336363



70°C la temperatura del recipiente de digestión 10, y se -
ajustaron las velocidades de circulación y el nivel de lí-
quido de manera que se proporcionaba un tiempo medio de --
permanencia en el digestor de 25 minutos. Se mantuvieron -
5 en los diversos recipientes las siguientes condiciones de
reacción:

| <u>Recipiente</u> | <u>Temperatura °C.</u> | <u>Permanencia Minutos</u> | <u>Acido sulfúri co kilos/hora</u> |
|-----------------------------|------------------------|--------------------------------|--|
| 10 Digestor, 10 | 70 | 25 | - |
| Formación de núcleos, 16 | 105,5 | 15 | 0,467 |
| Reacción, 22 | 105,5 | 15 | 0,467 |
| Reacción, 26 | 106,4 | 20 | - |

15 Bajo estas condiciones, se obtuvo el siguiente pro--
ducto, por filtración de la suspensión:

| | | |
|----|----------|------------|
| | P_2O_5 | 41,6% |
| 20 | SO_4 | 0,4% |
| | H_2O | (el resto) |

25 El análisis de la torta de filtro indicó una recupe-
ración global de P_2O_5 de 94,0%.

Ejemplo II.- En un procedimiento de acuerdo con la -
realización del invento mostrada en la figura 2 de los di-
bujos, se alimentó fosfato mineral triturado al recipiente
de digestión a una velocidad de alimentación de 1,1 kg/ho-
30 ra, y fue digerido con ácido fosfórico de reciclado sumi--
nistrado a la velocidad de 0,58 kg/hora de P_2O_5 . La tempe-



ratura del recipiente de digestión fue mantenida en 70°C, y se ajustaron las velocidades de circulación y el nivel de líquido para dar un tiempo medio de permanencia en el digestor de 25 minutos.

5 También se mezcló ácido fosfórico de reciclado con el ácido sulfúrico al 71,8% alimentado a la etapa de formación de núcleos, a la velocidad de 0,136 kg de P₂O₅/hora.

Se mantuvieron en los diversos recipientes las siguientes condiciones de reacción:

10

| <u>Recipiente</u> | <u>Temperatura °C.</u> | <u>Permanencia minutos</u> | <u>Acido sulfúrico kilos/hora.</u> |
|--------------------------|------------------------|----------------------------|------------------------------------|
| Digestor, 10 | 70 | 25 | - |
| Formación de núcleos, 16 | 104 | 15 | 1,01 |
| 15 Reacción, 22 | 111 | 15 | 0,25 |
| Reacción, 26 | 111 | 20 | - |

Bajo estas condiciones, se obtuvo el siguiente producto, por filtración de la suspensión.

20

| | |
|-------------------------------|------------|
| P ₂ O ₅ | 42,3% |
| SO ₄ | 0,11% |
| H ₂ O | (el resto) |

25

El análisis de la torta de filtro indicó una eficacia de extracción de 91,2%, basada en el contenido de P₂O₅ del mineral original, y una eficacia global de recuperación de 36,0%, sobre la misma base.

30

Se filtró rápidamente la suspensión de reacción, fil



trando el ácido de producto a la velocidad de 1.577 litros / hora / m², o 1.147 kg de P₂O₅/hora/m², mientras que las velocidades correspondientes para el ácido de producto y lavados, consideradas como un conjunto, fueron de 2.280 litros/hora/m², o de 498,5 kg de P₂O₅/hora/m², respectivamente.

Ejemplo III.- En un procedimiento de acuerdo con la realización del invento mostrada en la figura 3 de los dibujos, se alimentó fosfato mineral triturado al recipiente de digestión a una velocidad de alimentación de 1.175 kg/hora, y fue digerido con ácido fosfórico de producto reciclado, suministrado a la velocidad de 0,65 kg/hora de P₂O₅, y suspensión reciclada del recipiente de reacción 26, suministrada a la velocidad de 19,8 kg/hora. La temperatura en el recipiente de digestión fue mantenida en 79°C, y se ajustaron las velocidades de circulación y el nivel de líquido para mantener un tiempo medio de permanencia de fosfato mineral en el recipiente de digestión de 15 minutos.

Se mantuvieron en los diversos recipientes las siguientes condiciones de reacción:

| <u>Recipiente</u> | <u>Temperatura °C.</u> | <u>Permanencia Minutos</u> | <u>Acido sulfúrico kilos/hora</u> |
|--------------------------|------------------------|----------------------------|-----------------------------------|
| Digestor, 10 | 79 | 15 | - |
| Formación de núcleos, 16 | 110,5 | 15 | 0,78 |
| Reacción, 22 | 110 | 15 | 0,26 |
| Reacción, 26 | 110 | 20 | - |

Bajo estas condiciones, se obtuvo el siguiente pro--



ducto, por filtración de la suspensión:

| | | |
|---|----------|------------|
| | P_2O_5 | 59,8% |
| 5 | SO_4 | 2,0% |
| | H_2O | (el resto) |

El análisis de la torta de filtro indicó una eficacia de extracción de 95,0% y una eficacia de recuperación global de 94,0%, basado sobre el contenido de P_2O_5 del mineral alimentado.

Se filtró el ácido de producto todavía más rápidamente que el del Ejemplo 2, filtrándose el ácido de producto a una velocidad de 1.766 litros/hora/m² o de 962 kg de P_2O_5 /hora/m², mientras que el ácido de producto y los lavados, tomados en conjunto, se filtraron a 2.142 litros/hora/m² o 408,5 kg de P_2O_5 /hora/m².

Todas las tres realizaciones del invento antes descritas, que corresponden respectivamente a los ejemplos I, II y III y a las figuras 1, 2 y 3 de los dibujos, poseen claras ventajas de funcionamiento y económicas sobre el procedimiento de dihidrato o de yeso, y sobre los procedimientos de hemihidrato anteriormente propuestos. Entre las tres realizaciones, la de la figura 2 y del Ejemplo II es preferida sobre la figura 1 y el Ejemplo I, ya que proporciona una mayor flexibilidad, por el hecho de que la concentración y la cantidad de ácido fosfórico reciclado a la etapa de formación de núcleos pueden ser ajustadas para proporcionar un control exacto sobre la concentración del ácido de producto y sobre las condiciones bajo las que se



5 producen los núcleos. A su vez, la realización de la figura 3 y el Ejemplo III es preferida sobre la de la figura 2 y el Ejemplo II, ya que el reciclado de suspensión a la etapa de digestión proporciona un control sobre la temperatura y la composición de la suspensión de digestión y hace una utilización económica y eficaz del calor de reacción exotérmica, para mantener la temperatura elevada requerida en la etapa de digestión.

10 El procedimiento de este invento, tal como se describe anteriormente, es un método mejorado para la fabricación de ácido fosfórico. Esta caracterizado por una velocidad y eficacia de digestión mejoradas, reducido tiempo de permanencia global en el sistema, y porcentajes de recuperación muy altos de las cantidades de P_2O_5 del fosfato mineral. Se obtienen, de manera regular, rendimientos hasta de 97% del P_2O_5 disponible, utilizando el procedimiento de este invento, comparado con los rendimientos que se indican de 88-92% para los procedimientos de hemihidrato típicos de la técnica anterior. El procedimiento de este invento elimina la necesidad de enfriar la suspensión del reactor, y produce ácido fosfórico de una concentración que corresponde a aproximadamente 40-45% de P_2O_5 (en peso), antes de cualquier concentración por evaporación. A causa de la alta concentración del ácido de producto la pureza del producto tiende a ser mayor que la producida por procedimientos que conducen a productos de ácido de menor concentración. Se reducen o eliminan los problemas de formación de espuma, a causa de que la digestión, del fosfato mineral es sustancialmente completa en la etapa de digestión, y la espuma producida en la operación de digestión es fácilmente rota o destruida por agitación.

30 El procedimiento es particularmente ventajoso por el hecho de que se producen cristales de hemihidrato de sulfato.



to de calcio en una forma estable y susceptible de ser filtrada fácilmente, en un margen de condiciones de trabajo - ampliamente variables.

El procedimiento del invento es también particularmente ventajoso por el hecho de que se pueden utilizar una o mas de las realizaciones descritas anteriormente para extraer ácido fosfórico de cualquier manantial dado de fosfato mineral, logrando altos rendimientos y altas concentraciones de ácido de producto con menores exigencias de cantidades de materiales en proceso, que las que se requieren para otros procedimientos de hemihidrato. Las altas temperaturas de reacción favorecerán la digestión completa de los minerales menos reactivos, dando como resultado mejores rendimientos. En la realización ilustrada en la figura 1, estos resultados mejorados son debidos principalmente a las condiciones del procedimiento (70-80°C en el digestor y preferiblemente entre 104 y 116°C en la suspensión de -- formación de núcleos, y 93 a 116°C en la suspensión de --- reacción), unido con una rápida agitación que permite tiempos de permanencia en el sistema de reacción global, en el margen de 30 a 75 minutos, para resultados eficaces. En -- las realizaciones ilustradas en las figuras 2 y 3, estas - condiciones mejoradas del procedimiento permiten buenos resultados con velocidades de reciclado de ácido fosfórico - y/o de suspensión sutancialmente menores que las que se utilizan usualmente para otros procedimientos de hemihidrato. Las menores velocidades de reciclado, a su vez, se reflejan en menores cantidades de materiales en proceso para cualquier tiempo de permanencia especificado, y consiguientemente en una utilización más eficaz de la instalación y equi-



pos.

Aunque este invento se ha descrito con referencia a determinadas realizaciones preferidas, y se ha ilustrado -- por medio de ciertos dibujos y ejemplos, éstos son sólo --
5 ilustrativos, ya que a los técnicos en la materia se les -- ocurrirán muchas alternativas y equivalentes, sin apartarse del espíritu o alcance propiamente dicho del invento. -- Por esto, no se ha de considerar el invento como limitado, excepto en lo que se establece en las siguientes reivindicaciones.
10

La presente solicitud que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América con fecha 9 de Mayo de 1966 bajo el núm. 548.786, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.
15

N O T A

Los puntos de invención propio y nueva que se presentan para que sean objeto de la presente solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:
20

1.- Un procedimiento para la producción de ácido fosfórico, en el que fosfato tricálcico es hecho reaccionar con ácido fosfórico para producir fosfato monocalcico, y --
25 dicho fosfato monocalcico es hecho reaccionar con ácido sulfúrico para formar hemihidrato de sulfato de calcio sólido y ácido fosfórico, siendo separados por filtración -- los últimos productos, caracterizado por las mejoras de hacer reaccionar fosfato tricálcico finamente dividido con -- ácido fosfórico en exceso, a una temperatura entre aproxi-
30

madamente 70 y aproximadamente 80°C, para formar de esta -
manera una suspensión de digestión de fosfato monocalcico
en dicho ácido, introducirla en una suspensión de forma---
ción de núcleos de hemihidrato de sulfato de calcio y fos-
fato monocálcico en ácido fosfórico, añadir ácido sulfúri-
co a dicha suspensión de formación de núcleos a una veloci-
dad adecuada para suministrar ácido sulfúrico en cantidad
que corresponde a entre 50 y 85% del equivalente estequio-
métrico del fosfato monocálcico introducido en dicha sus-
pensión de digestión, retirar dicha suspensión de forma---
ción de núcleos e introducirla en una suspensión de reac--
ción de hemihidrato de sulfato de calcio en ácido fosfóri-
co, añadir ácido sulfúrico a dicha suspensión de reacción
a una velocidad adecuada para suministrar ácido sulfúrico
en cantidad que corresponde sustancialmente el equivalente
estequiométrico del fosfato monocalcico introducido en di-
cha suspensión de formación de núcleos, retirar dicha sus-
pensión de reacción, filtrar dicha suspensión de reacción
retirada, y recuperar de la misma un filtrado que consiste
esencialmente en ácido fosfórico.

2.- El procedimiento de acuerdo con la reivindicac---
ción 1, caracterizado adicionalmente porque cada una de di-
chas operaciones se realiza de manera continua.

3.- Un procedimiento de acuerdo con las reivindica--
ciones 1 ó 2, caracterizado adicionalmente porque el tiem-
po medio de permanencia de dicho fosfato tricálcico en con-
tacto con dicho ácido fosfórico en dicha suspensión de di-
gestión, antes de la retirada de la misma, está entre apro-
ximadamente 10 y aproximadamente 25 minutos.

4.- Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de



las precedentes reivindicaciones, caracterizado adicionalmente porque la concentración de dicho ácido fosfórico en dicha suspensión de digestión es equivalente a aproximadamente 30-40% de P_2O_5 .

5 5.- Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las precedentes reivindicaciones, caracterizado adicionalmente porque dicha suspensión de digestión es mantenida a temperatura elevada, precalentando dicho ácido fosfórico.

10 6.- Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las precedentes reivindicaciones, caracterizado adicionalmente porque al menos una parte de dicho ácido fosfórico es suministrada a dicha suspensión de digestión en forma de suspensión de reacción reciclada.

15 7.- Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las precedentes reivindicaciones, caracterizado adicionalmente porque dicha suspensión de formación de núcleos es mantenida a una temperatura entre aproximadamente 104 y aproximadamente 116°C.

20 8.- Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las precedentes reivindicaciones, caracterizado adicionalmente porque el tiempo medio de permanencia en dicha suspensión de formación de núcleos está entre aproximadamente 10 y aproximadamente 25 minutos.

25 9.- Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las precedentes reivindicaciones, caracterizado adicionalmente porque dicha suspensión de reacción es mantenida a una temperatura entre aproximadamente 93 y aproximadamente 116°C.

30 10.- Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las precedentes reivindicaciones, caracterizado adicionalmente



nalmente porque el tiempo medio de permanencia en dicha sus
pensión de reacción está entre aproximadamente 10 y aprox
madamente 25 minutos.

5 11.- Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera
de las precedentes reivindicaciones, caracterizado adicio-
nalmente porque la reacción de dicha suspensión de forma--
ción de núcleos con ácido sulfúrico se realiza en una plu-
ralidad de etapas de reacción sucesivas, manteniéndose ca-
da una de dichas etapas de reacción a una temperatura en--
10 tre aproximadamente 104 y aproximadamente 116°C, y estando
caracterizada cada una de dichas etapas de reacción por un
tiempo de permanencia entre aproximadamente 10 y aproxima-
damente 25 minutos.

15 12.- Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera
de las precedentes reivindicaciones, caracterizado adicio-
nalmente porque una porción de dicho filtrado consiste ---
esencialmente en ácido fosfórico que es reciclado a dicha
suspensión de formación de núcleos.

20 13.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindica--
ción 11, caracterizado adicionalmente porque dicho filtrado
de ácido fosfórico reciclado es mezclado previamente con -
dicho ácido sulfúrico, siendo introducidos dichos ácidos -
en dicha suspensión de formación de núcleo en forma de una
solución de ácidos mezclados.

25 14.- Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera
de las precedentes reivindicaciones, caracterizado adicio-
nalmente porque una porción de dicho filtrado consiste esen
cialmente en ácido fosfórico que es reciclado a dicha sus-
pensión de reacción.

30 15.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindica--

ción 13, caracterizado adicionalme que dicho filtra-
do de ácido fosfórico reciclado es mezclado previamente --
con dicho ácido sulfúrico, siendo introducidos dichos áci-
dos en dicha suspensión de reacción en forma de una solu-
ción de ácidos mezclados.

5

16.- Un procedimiento para la producción de ácido --
fosfórico.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede
representado en los dibujos que se acompañan y para los fi
nes que se han especificado.

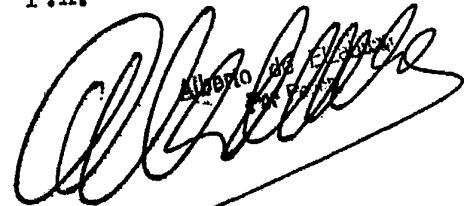
10

La presente Memoria consta de treinta y cuatro hojas
escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

22 MAR 1963

P.A.



Alberto de las Casas
P.A.

MLG.

336363

14-3-67

- 34 -

326.363

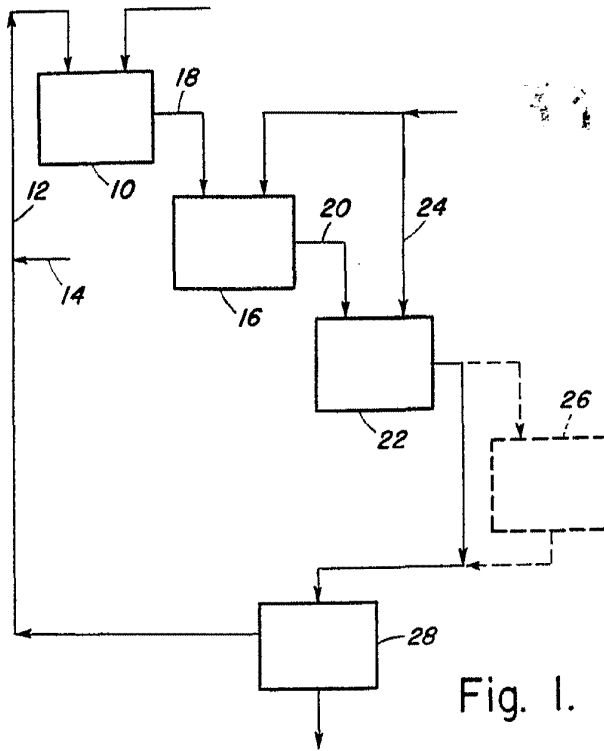


Fig. 1.

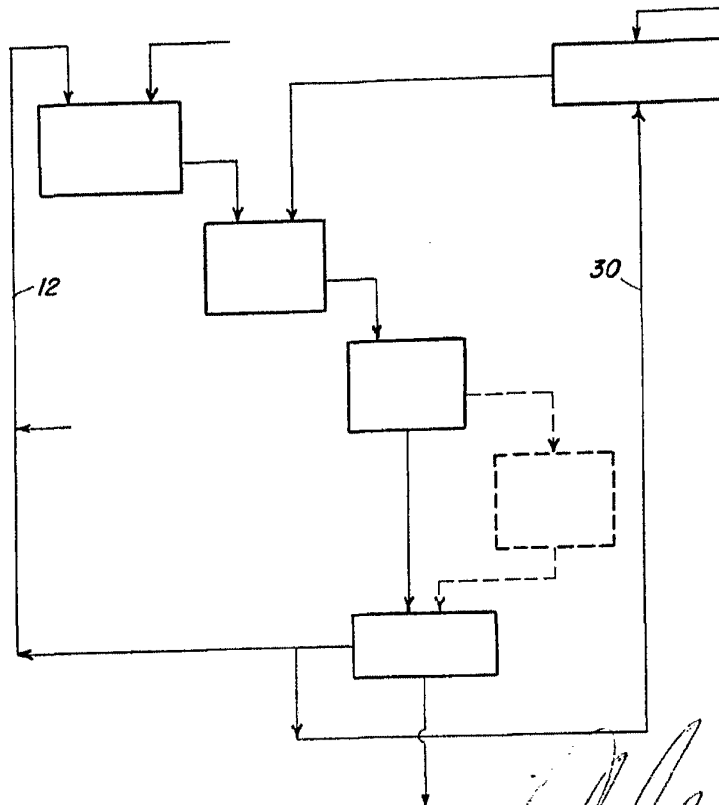


Fig. 2. 40-45% P₂O₅

336,363

336363

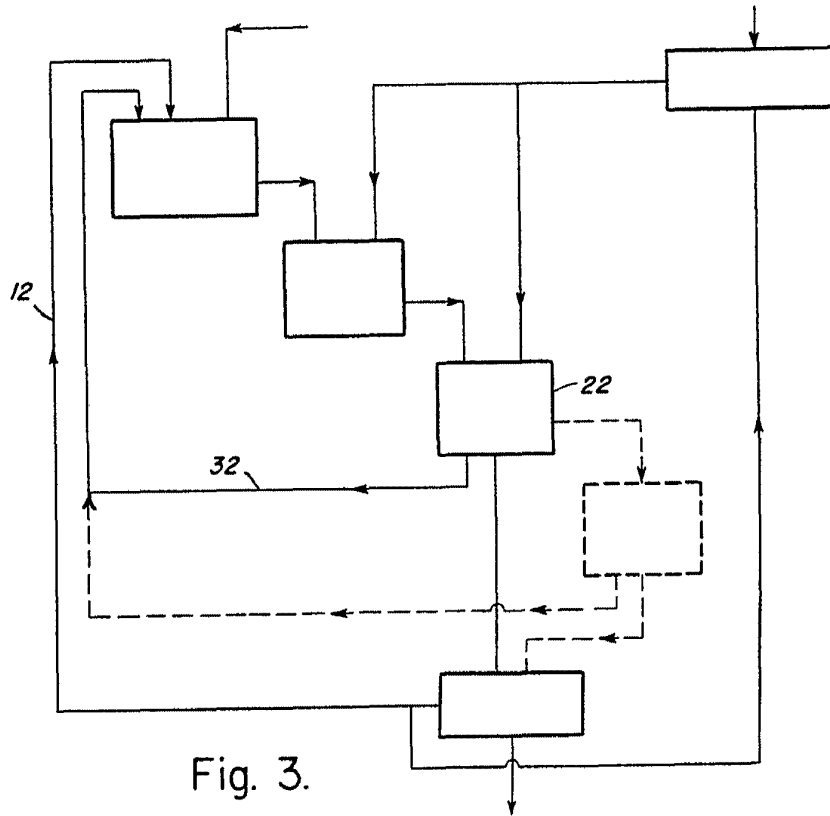


Fig. 3.

[Handwritten signature]