

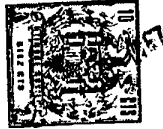
P.- 35.480

JPH/JDM/RG/C137/P

341588

Memoria descriptiva

341588



para solicitar PATENTE DE INVENCION

por 20 años

a nombre de THE POWER-GAS CORPORATION LIMITED

entidad / ~~corporación~~ británica

con domicilio en Parkfield Works, Stockton-on-Tees, Conda
do de Durham, Inglaterra

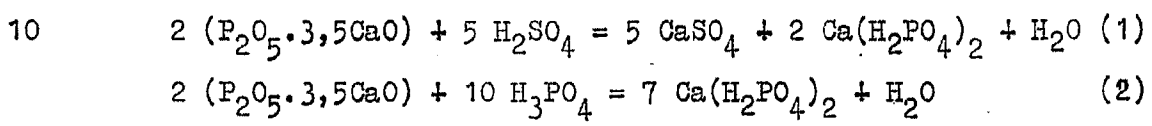
por: " UN PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE UN FERTILI-
ZANTE FOSFONITROGENADO " (Clase Internacional G05b,c)

=====



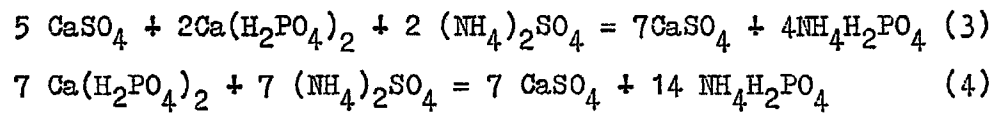
La presente invención se refiere a la manufac-
tura de abonos o fertilizantes fosfonitrogenados, partien-
do de la acidulación de mineral de fosfato con ácido sul-
fúrico o ácido fosfórico.

5 Es sabido que cuando el mineral de fosfato es
acidulado con una cantidad limitada de ácido sulfúrico,
o con ácido fosfórico, sustancialmente todo el P₂O₅ del
mineral de fosfato se convierte en fosfato monocálcico,
según las reacciones:



La reacción (1) es la base de la manufactura -
de superfosfato sencillo y la reacción (2) es la base de
la manufactura de superfosfato triple.

15 Se ha hallado ahora que cuando se hace reaccio-
nar el producto de las anteriores reacciones (1) o (2),
con una solución acuosa de sulfato amónico, el fosfato -
monocálcico se descompone a sulfato cálcico, que es pre-
cipitado como yeso, hemihidrato o anhidrita, según el in-
20 tervalo de temperaturas, y se forma fosfato monoamónico -
en solución. Las reacciones típicas son:



25 Según un aspecto de la presente invención, un
procedimiento para fabricar abonos fosfonitrogenados com-
prende las etapas de acidular mineral de fosfato con áci-
do sulfúrico o ácido fosfórico, o una mezcla de ambos,
de manera que sustancialmente todo el P₂O₅ del mineral de



fosfato es convertido en fosfato monocálcico; hacer reaccionar el producto de dicha acidulación con una cantidad suficiente de sulfato amónico en solución acuosa, de manera que sustancialmente todo el fosfato monocálcico es descompuesto a sulfato cálcico; separar del producto de reacción el sulfato cálcico precipitado; y retirar el producto de reacción que queda.

El mineral de fosfato molido puede ser acidulado dentro de un intervalo de temperaturas deseado (la reacción es exotérmica), en un recipiente de reacción con agitación, y cuando se ha completado la acidulación se añade una solución concentrada de sulfato amónico acuoso. El sulfato cálcico es precipitado en forma de yeso, hemihidrato o anhidrita, según el intervalo de temperaturas.

El sulfato cálcico precipitado es separado del producto de reacción, preferiblemente por filtración, y el filtrado, que es el producto que queda, y consiste esencialmente en una solución acuosa caliente de fosfato monoamónico, es retirado para ser tratado a abono fosfonitrogenado.

El sulfato cálcico precipitado que es separado del producto de reacción por filtración, contendrá algo de fosfato amónico, y preferiblemente es lavado con agua, para separar y recuperar esta sal soluble, añadiéndose el líquido de lavado al filtrado inicial, y retirándose la solución mixta para ser tratada a abono fosfonitrogenado.

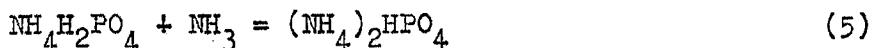
Como alternativa, el mineral de fosfato puede ser acidulado para formar un superfosfato sólido, usando el equipo usual, y luego se puede hacer reaccionar el superfosfato sólido con una solución concentrada de sulfato



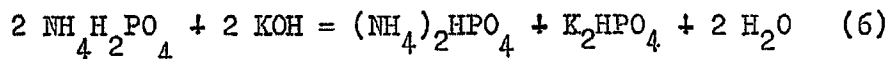
amónico acuoso. Después se separa por filtración el sulfato cálcico precipitado, y se retira el filtrado para ser tratado.

5 En la presente invención se incluye el caso de que como materia prima se suministra un superfosfato sólido que haya sido manufacturado por acidulación de mineral de fosfato con ácido sulfúrico o ácido fosfórico, o con una mezcla de ambos.

10 Se puede añadir amoníaco a la solución producto, para convertir en fosfato diamónico algo o todo el fosfato monoamónico, según la reacción:



15 Para tratar a abono de NPK se puede añadir a la solución producto una sal potásica, o se puede añadir hidróxido potásico, para convertir todo o parte del fosfato monoamónico en fosfato diamónico y fosfato ácido potásico, según la reacción:



20 La solución inicial o modificada puede ser concentrada por evaporación, y la solución concentrada caliente puede ser llevada a una instalación de granulación, o ser granulada, para producir un abono fosfonitrogenado sólido.

25 En el caso de que se disponga de un suministro fácil de sulfato amónico, por ejemplo sulfato amónico producto secundario de una instalación de caprolactama, el sulfato cálcico precipitado que se separa del producto de reacción puede ser considerado como producto de dese-

341588



cho.

5 En el caso de que se disponga de un suministro fácil de amoníaco y dióxido de carbono, por ejemplo de - una instalación de síntesis de amoníaco, una parte o todo el sulfato cálcico precipitado que se separa del producto de reacción se puede hacer reaccionar con una solución - acuosa carbonatada de amoníaco, para producir sulfato amó nico y carbonato cálcico, según la reacción:



10 El carbonato cálcico es precipitado, y la solu- ción contiene algo de carbonato amónico libre, ya que la reacción es reversible. El carbonato cálcico es separado de la solución, preferiblemente por filtración, y la solu- ción es concentrada, produciendo una solución concentrada de sulfato amónico, sustancialmente sin pérdida de amonia- co libre. Esta solución concentrada de sulfato amónico es usada luego en el procedimiento de la invención.

20 Por tanto, según otro aspecto de la presente - invención, un procedimiento para fabricar abonos fosfoni- trogenados comprende las etapas de acidular mineral de - fosfato con ácido sulfúrico, o ácido fosfórico, o una mez- cla de ambos, de manera que sustancialmente todo el P_2O_5 del mineral de fosfato es convertido en fosfato monocálcico; hacer reaccionar el producto de dicha acidulación con una cantidad suficiente de solución concentrada de sulfa- to amónico acuoso, de manera que sustancialmente todo el fosfato monocálcico es descompuesto a sulfato cálcico; se- parar del producto de reacción el sulfato cálcico precipi- tado; retirar el producto de reacción restante; hacer -



reaccionar una parte o todo el sulfato cálcico separado, con una solución acuosa carbonatada de amoniaco, para producir carbonato cálcico precipitado y sulfato amónico en solución; separar de la solución de sulfato amónico - el carbonato cálcico precipitado; y concentrar esta solución, para producir dicha cantidad de solución concentrada de sulfato amónico acuoso.

Como es evidente por las ecuaciones (3) y (4), solamente en el caso de que solo se use ácido fosfórico para acidular el mineral de fosfato se hará reaccionar todo el sulfato cálcico separado con una solución acuosa carbonatada de amoniaco.

La ventaja de la presente invención es que se produce un abono de gran contenido de N y P_2O_5 , consistente básicamente en fosfato amónico, con un consumo mínimo de ácido sulfúrico y/o fosfórico. En el caso de que solo se use ácido sulfúrico para acidular el mineral de fosfato, se requiere hasta 30% menos de ácido sulfúrico que cuando se descompone el mineral de fosfato con ácido sulfúrico para producir ácido ortofosfórico, y se neutraliza luego con amoniaco el ácido fosfórico separado, para producir fosfato amónico.

En la realización del procedimiento de la presente invención en la que una parte o todo el sulfato cálcico precipitado es convertido en carbonato cálcico precipitado, considerándose ambos productos como productos de desecho que requieren una eliminación adecuada, existe la ventaja adicional de que el carbonato cálcico es menos molesto para ser eliminado que el sulfato cálcico, y también de que el peso de carbonato cálcico es apre



ciablemente menor que el peso de una cantidad equivalente de sulfato cálcico, precipitado como yeso, hemihidrato o anhidrita.

5 La invención será descrita a continuación, por referencia a los siguientes ejemplos.

Ejemplo 1

373,5 g de mineral de fosfato de Nauru, molidos de forma que el 75% tenía un tamaño menor de 86,4 micras (malla British Standard Sieve 200), y cuya composición era 38,0% en peso de P_2O_5 , 51,47% de CaO, 2,53% de F, 2,52% de CO_2 , 0,94% de Fe_2O_3 , 1,80% de SO_4 , 0,15% de NaO, 2,75% de H_2O , fueron acidulados en un recipiente de reacción, con 182 ml de ácido sulfúrico al 73% en peso/peso. La temperatura fué mantenida a 70°C, con agitación constante.

10

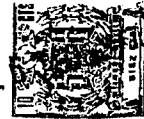
15

Una vez completada la reacción de acidulación, se mezclaron lentamente con el contenido del recipiente de reacción 140 g de sulfato amónico disueltos en 210 g de agua, y la mezcla resultante fué agitada durante 2 horas. Se formó un precipitado de sulfato cálcico que fué separado por filtración. Este precipitado fué lavado con agua, y luego secado y analizado. El precipitado fué identificado como yeso ($CaSO_4 \cdot 2H_2O$) que contenía lo siguiente: contenido de P_2O_5 en el precipitado lavado y secado, 1,4% en peso/peso; contenido de nitrógeno en el precipitado lavado y secado, nada.

20

25

Por lo que antecede se deduce que todo el NH_3 está presente en el filtrado y líquido de lavado, y que



el 94,6% del contenido de P_2O_5 del mineral de fosfato -
está presente en el filtrado y líquido de lavado.

Ejemplo 2

5 Se acidularon en un recipiente de reacción 234
g de superfosfato sencillo del comercio, que contenía -
19,8% en peso/peso de P_2O_5 , con 10 ml de ácido sulfúrico
al 96% en peso/peso, y se añadieron 132 g de sulfato amó
nico disuelto en 900 ml de agua. La temperatura de la -
mezcla de reacción fué mantenida a 80°C, con agitación
10 constante durante 5 horas.

Se formó un precipitado de sulfato cálcico que
fué separado por filtración. El precipitado fué lavado -
con agua y luego secado y analizado. El precipitado fué
identificado como yeso ($CaSO_4 \cdot 2H_2O$) que contenía lo si-
15 guiente: contenido de P_2O_5 en el precipitado lavado y se
cado, 1,5% en peso/peso; contenido de nitrógeno en el -
precipitado lavado y secado, nada.

Por lo que antecede se deduce que todo el NH_3
está presente en el filtrado y líquido de lavado, y el
20 94,4% del contenido de P_2O_5 del superfosfato sencillo es-
tá presente en el filtrado y líquido de lavado.

La presente solicitud, que corresponde a la pre
sentada en Gran Bretaña, con fecha 16 de Junio de 1.966,
bajo el número 26825/66 prov., se acoge a los beneficios
25 del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad In-
dustrial.

341588



26

N O T A

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

5

1.- Un procedimiento para la producción de un fertilizante fosfonitrogenado, caracterizado por las etapas de acidular mineral de fosfato con ácido sulfúrico o ácido fosfórico, o con una mezcla de ambos, de manera que sustancialmente todo el P_2O_5 del mineral de fosfato es - convertido en fosfato monocálcico; hacer reaccionar el - producto de dicha acidulación con una cantidad suficiente de sulfato amónico, en solución acuosa, de manera que sustancialmente todo el fosfato monocálcico es descompuesto a sulfato cálcico; separar del producto de reacción el - sulfato cálcico precipitado; y retirar el producto de - reacción que queda.

10

15

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como variante, se hace reaccionar - un superfosfato sólido, que ha sido fabricado por acidula - ción de mineral de fosfato con ácido sulfúrico o ácido - fosfórico, o con una mezcla de ambos, con una cantidad - suficiente de sulfato amónico en solución acuosa, de mane - ra que sustancialmente todo el fosfato es descompuesto a sulfato cálcico; separar del producto de reacción el sul - fato cálcico; y retirar el producto de reacción que queda.

20

25

3.- Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque el sulfato cálcico es separado -



por filtración.

4.- Procedimiento según la reivindicación 1, 2 ó 3, caracterizado porque se añade amoniaco a la solución producto, para convertir una parte o todo el fosfato monoamónico en fosfato diamónico.

5.- Procedimiento según las reivindicaciones 1, 2 ó 3, caracterizado porque se añade a la solución - producto una sal potásica, o hidróxido potásico, para convertir una parte o todo el fosfato monoamónico en fosfato diamónico y fosfato ácido potásico.

6.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la solución producto inicial o modificada es concentrada por evaporación, y la solución concentrada caliente es llevada a una instalación de granulación, o granulada, para producir un abono fosfonitrogenado sólido.

7.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque al menos una parte del sulfato amónico es una solución concentrada de sulfato amónico, obtenida haciendo reaccionar parte o todo el sulfato cálcico precipitado, separado del producto de reacción, con una solución acuosa carbonatada de amoniaco, para producir sulfato amónico y carbonato cálcico; se separa de la solución el carbonato cálcico precipitado; y se concentra la solución, para producir una solución concentrada de sulfato amónico.

8.- Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado porque el carbonato cálcico es separado por filtración.

9.- Procedimiento para la producción de un fer-



5 tilizante fosfonitrogenado, caracterizado por las etapas
de acidular mineral de fosfato con ácido sulfúrico o áci
do fosfórico, o con una mezcla de ambos, de manera que -
sustancialmente todo el P_2O_5 del mineral de fosfato es -
convertido en fosfato monocálcico; hacer reaccionar el
producto de dicha acidulación con una cantidad suficien-
te de solución concentrada de sulfato amónico acuoso, de
manera que sustancialmente todo el fosfato monocálcico -
es descompuesto a sulfato cálcico; separar del producto
10 de reacción el sulfato cálcico precipitado; retirar el -
producto de reacción que queda; hacer reaccionar una par-
te o todo el sulfato cálcico separado con una solución -
acuosa carbonatada de amoníaco, para producir carbonato
cálcico precipitado y sulfato amónico en solución; sepa-
15 rar de la solución amónica el carbonato cálcico precipi-
tado; y concentrar esta solución, para producir dicha -
cantidad de solución concentrada de sulfato amónico acuo-
so.

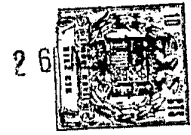
20 10.- Procedimiento según cualquiera de las rei-
vindicaciones precedentes, caracterizado porque el sul-
fato cálcico separado de la solución producto es lavado
con agua, para separar y recuperar cualquier cantidad de
fosfato amónico presente en dicho sulfato cálcico, y la
solución de lavado es añadida a dicho producto de reac-
25 ción que queda.

11.- Un procedimiento para la producción de un
fertilizante fosfonitrogenado.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que an-
tecede y con los fines que se han especificado.

30 Esta Memoria consta de doce hojas escritas a -

máquina por una sola de sus caras.



Madrid, 26 AGO. 1967

P. A.

Alberto J. Sánchez
Alberto J. Sánchez

341588