

P.- 40.180

Casa N° F 1560 F

361091

Memoria descriptiva



20 ENE. 1969

para solicitar PATENTE DE INVENCION

por 20 años

a nombre de SUMITOMO CHEMICAL CO., LTD

SECCION TECNICA

CLASIFICACION I. P. C.

CLASE C-01 C-05

SUBCLASE B B

entidad ~~de nacionalidad~~ japonesa

con domicilio en 15, 5-chome, Kitahama, Higashi-ku, Osaka,
Japón.

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR HIDROGENOFOSFATO DE
SODIO Y AMONIO" (Clase Internacional C01b C05b)

14.1.69

- 1 -



Este invento se refiere a un procedimiento para producir hidrógenofosfato de sodio y amonio ($\text{NaNH}_4\text{HPO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) de una alta pureza, y cloruro de amonio o una solución que contiene cloruro de amonio, a partir de ácido fosfórico, amoniaco y cloruro de sodio, o de fosfato de amonio y cloruro de sodio.

Se conoce un procedimiento para producir hidrógeno-fosfato de sodio y amonio haciendo reaccionar entre sí ácido fosfórico, amoniaco y un alcali de sosa tal como cenizas de sosa (o sosa cáustica) y enfriando a continuación la solución para cristalizar el fosfato. Por ejemplo, en la publicación de patente japonesa número 13.487/1.965 se propone un procedimiento para producir hidrogeno-fosfato de sodio y amonio, caracterizado por hacer reaccionar ácido fosfórico de procedimiento húmedo y amoniaco, para ajustar su pH de 3,6 a 6,0 separar una parte o la mayor parte de un precipitado de impurezas depositado mientras se mantiene por encima de una temperatura a la que cristaliza fosfato de amonio, añadir a continuación un álcali de sosa, tal como cenizas de sosa o sosa cáustica, a la solución que contiene las impurezas remanentes, enfriar después la mezcla para cristalizar cristales de hidrogeno-fosfato de sodio y amonio con un tamaño de granos mayor que el del precipitado de impurezas, separar el hidrógeno-fosfato de sodio y amonio cristalizado desde las partículas de impurezas filtrando la suspensión, para obtener de esta manera los cristales de hidrógeno-fosfato de sodio y amonio de alta pureza. Este es un procedimiento para obtener un hidrógeno-fosfato de sodio y amonio de alta pureza separando de manera eficaz y apropiada impurezas contenidas en ácido fosfórico



de procedimiento en húmedo empleado como material de parti-
da.

5

Un objeto del presente invento es crear un pro-
cedimiento más rentable comparado con los procedimientos
conocidos, para producir hidrógeno-fosfato de sodio y amo-
nio.

Otro objeto del presente invento resultará evi-
dente a partir de las siguientes descripciones.

10

Los presentes inventores encontraron que este y
otros objetos pueden lograrse creando un procedimiento pa-
ra producir hidrógeno-fosfato de sodio y amonio con la pro-
ducción conjunta de cloruro de amonio, que comprende disol-
ver en un sistema acuoso a la temperatura de ebullición, o
cerca de esta temperatura, los materiales que consisten
principalmente en ácido fosfórico, amoniaco y cloruro de
sodio, o en fosfato de amonio y cloruro de sodio en una
proporción en moles de $H_3PO_4 : NH_3 : NaCl$ de 1:1, 5-2, 7:0,
8-2, 5, separar precipitado de impurezas a una temperatura
más alta que la temperatura a la que precipita hidrógeno-
fosfato de sodio, y amonio, enfriar la solución por debajo
50°C, preferiblemente de 30 a 10°C, separar los cristales
de hidrógeno-fosfato de sodio y amonio formados, que son
lavados y secados.

15

20

25

Las aguaa madres, después de la separación de
los cristales de fosfato, son concentradas y se forman
cristales de cloruro de amonio a una temperatura mayor que
la que cristaliza hidrógeno-fosfato de sodio y amonio, y
los cristales son separados.

30

Como resultado de diversas investigaciones sobre
un procedimiento para producir el fosfato, los presentes

14.1.69



inventores han desarrollado un procedimiento conocidos, que está caracterizado por utilizar la sal industrial más barato, tal como el cloruro de sodio, y que proporciona el sub-producto de cloruro de amonio que es susceptible de ser empleado como materia prima para fertilizantes. El nuevo procedimiento está basado en el estudio del equilibrio de solubilidad de un sistema $\text{Na-NH}_4\text{-P}_2\text{O}_5\text{-Cl-H}_2\text{O}$. En lo que se refiere al equilibrio de solubilidad del sistema $\text{Na-NH}_4\text{-P}_2\text{O}_5\text{-Cl-H}_2\text{O}$, se menciona por parte de R. Lauffenburger y M. Broadsky en Compt. rend. 206, 1,383-1.385 (1938) que se midieron los puntos en que están presentes tres sales en forma de una fase sólida y algunos otros. Sin embargo, no se ha descrito nada con detalle. Por lo tanto, los inventores han medido la solubilidad de manera detallada para producir el diagrama equilibrio de solubilidad de un sistema de $\text{Na-NH}_4\text{-P}_2\text{O}_5\text{-Cl-H}_2\text{O}$, y han utilizado el diagrama para investigar las condiciones necesarias para producir el fosfato y cloruro de amonio.

El invento será explicado con más detalle haciendo referencia a los dibujos anejos, en los cuales:

La figura 1 es una vista en planta de un diagrama de equilibrio de solubilidad de un sistema $\text{Na-NH}_4\text{-P}_2\text{O}_5\text{-Cl-H}_2\text{O}$;

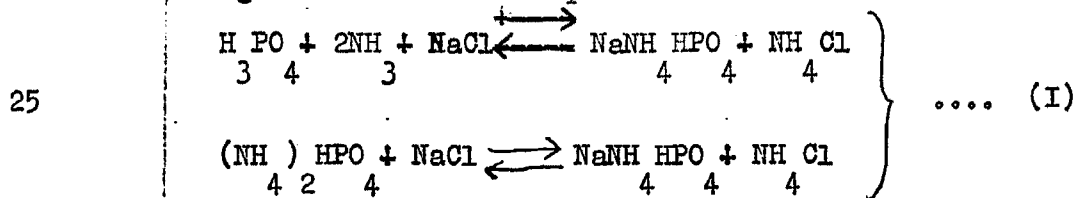
La figura 2 es una vista en alzado del diagrama de equilibrio de solubilidad del sistema $\text{Na-NH}_4\text{-P}_2\text{O}_5\text{-Cl-H}_2\text{O}$.

Para el diagrama de equilibrio de solubilidad de acuerdo con las coordenadas de prismas tetragonales de Jäneck cada uno de los compuestos $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4, \text{Na}_2\text{HPO}_4, \text{Na}_2\text{Cl}$ y $(\text{NH}_4)_2\text{Cl}$ en forma de pares recíprocos de sales son dispuestos en



5 los vértices del cuadrado, de manera que los radicales co-
 munes están adyacentes entre sí, el anhídrido está mostra-
 do bi-dimENSIONalmente dentro del cuadrado por el número de
 moles del radical por mol de la sal de par recíproco, y el
 agua está mostrada tomando el número de moles por mol del
 anhídrido en el punto de la proyección vertical desde el
 punto del anhídrido. Los resultado de las mediciones es-
 tán mostrados en la figura 1 y en la figura 2. En los di-
 10 bujos, las líneas llenas representan las composiciones de
 la solución saturada en que coexisten dos sales como fase
 sólida a las temperaturas respectivas de 10, 20, 30, 40 y
 50°C. Por ejemplo, se puestra que, en la composición lí-
 quida en el lado A de vértice de la línea a-a , la fase só-
 lida es cloruro de amonio, y, en la posición líquida en el
 15 otro lado, la sustancia de la parte inferior es hidrógeno-
 fosfato de sodio y amonio. La línea de rayas interrumpi-
 das a-b representa la composición de la solución saturada
 a cada temperatura en la que coexisten las tres sales cloru-
 ro de amonio, cloruro de sodio e hidrógeno-fosfato de so-
 20 dio y amonio.

Las condiciones para producir el fosfato y el clo-
 ruro de amonio pueden ser investigadas refiriéndose a este
 diagrama de estado de equilibrio.



Por ejemplo, tal como se muestra en la fórmula I,
 en el caso en que una mezcla de ácido fosfórico, amoniaco
 y cloruro de sodio en una proporción molar de 1:2:1, o de
 hidrógeno-fosfato de diamonio y cloruro de sodio en una



proporción molar 1:1 es disuelta y después es enfriada a 10°C para cristalizar hidrógeno-fosfato de sodio y amonio, la composición de sal de la materia prima alimentada está representada por el punto F de intersección de los segmentos de línea BD y AE. La composición de las aguas madres se desplaza gradualmente en la dirección FA según el fosfato es cristalizado por enfriamiento y llega al punto G en la línea límite a 10°C. La cantidad del fosfato cristalizado por mol de la mezcla de las materias primas está dada por $\frac{FG}{EG}$ moles. El rendimiento del hidrógeno-fosfato de sodio y amonio está dado por la siguiente ecuación

$$\frac{FG}{AF \cdot EG} \times 100 = \frac{0,509}{0,667 \times 0,842} \times 100 = 90,5 (\%)$$

Cada dato de la ecuación es el que se ha encontrado. El contenido de agua en la mezcla de las materias primas, requerido para realizar el anterior procedimiento particular está representado por F en la figura 2, y el contenido de agua de las aguas madres después de cristalización del fosfato está representado por G en los mismos diagramas.

Además, a una temperatura mayor que la temperatura de cristalización del hidrógeno-fosfato de sodio y amonio, el punto G pertenece a la región de cloruro de amonio en la que solo puede ser cristalizado el cloruro de amonio: Por ejemplo, si después que el fosfato es separado por cristalización, las aguas madres son calentadas para evaporar el agua contenida allí desde G a G' (Figura 2) y después son enfriadas hasta 50°C., se separa por cristalización cloruro de amonio puro, la composición de las aguas



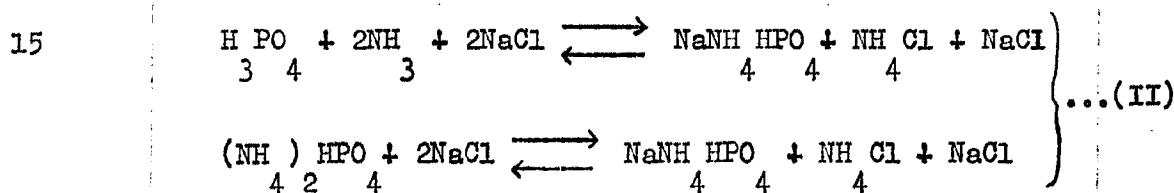
20 EN

madres se desplaza en la dirección de \overline{GE} y llega a un punto H en la línea límite. El rendimiento de cloruro de amonio es da siguiente:

$$5 \quad \frac{\overline{GH}}{\overline{EG} \cdot \overline{AH}} \times 100 = \frac{0,225}{0,842 \times 0,383} \times 100 = 69,7 (\%)$$

Cada dato de la ecuación es el que se ha encontrado.

10 La composición de sal de las materias primas no necesita estar limitada a la relación cuantitativa mostrada en la fórmula (I). Es decir, la proporción en moles de ácido fosfórico, amoniaco y cloruro de sodio no necesita estar limitada a 1:2:1



20 Por ejemplo, tal como se muestra por la fórmula (II), en el caso en que una mezcla de ácido fosfórico, amoniaco y cloruro de sodio en una proporción en moles de 1:2:2 o de hidrógeno-fosfato de diamonio y cloruro de sodio en una proporción en moles de 1:2 es disuelta y después enfriada a 20°C., para cristalizar hidrógeno-fosfato

25 de sodio y amonio, la composición de sales de las materias primas alimentadas está mostrada por el punto I, y la composición de las aguas madres se desplaza en la dirección de \overline{IK} según es cristalizado el fosfato y llega a un punto J en el que los tres componentes cloruro de amonio, cloruro de sodio e hidrógeno-fosfato de sodio y amonio coe-

30

14.1.69



20

xisten en forma de fase sólida a 20°C. El contenido de
 agua de la mezcla de las materias primas requerido para rea-
 lizar este procedimiento está representado por I en la fi-
 gura 2 y el contenido de agua de las aguas madres después
 5 de cristalización del fosfato está representado por J en el
 mismo diagrama. El rendimiento del hidrógeno-fosfato de
 sodio amonio está dado por la siguiente ecuación

$$\frac{IJ}{IK.EJ} \times 100 = \frac{0,45}{0,5 \times 0,95} \times 100 = 94,5 \text{ (\%)}$$

10

Cada dato de la ecuación es el que se ha encontrado. Así,
 se obtendrá un rendimiento muy alto incluso sin recircular.

El presente invento está basado en los resulta-
 dos del estudio del diagrama de equilibrio de solubilidad
 15 del sistema $\text{Na-NH}_4\text{-P}_2\text{O}_5\text{-Cl-H}_2\text{O}$, antes mencionado.

Para llevar a cabo el presente invento, la solución
 acuosa sustancialmente de ácido fosfórico, amoniaco y clo-
 ruro de sodio puede obtenerse de manera usual mezclando
 amoniaco y cloruro de sodio con un ácido fosfórico obteni-
 20 do por un procedimiento en húmedo o en horno, o mezclando
 cloruro de sodio con fosfato de amonio sólido en la forma
 de una solución acuosa a la temperatura de ebullición o cer-
 ca de ella, usualmente de 70°C a 150°C. La solución que re-
 sulta de lavar cristales de hidrógeno-fosfato de sodio y
 25 amonio o cristales de cloruro de amonio, o las aguas ma-
 dres después de la separación de cristales de cloruro de
 amonio, pueden ser añadidas, si se desea. En el caso de
 utilizar ácido fosfórico de procedimiento en húmedo como
 ácido fosfórico, con el fin de separar con más eficacia
 30 las impurezas precipitadas allí contenidas, es preferible

14.1.69



emplear un procedimiento en el cual se introduce, en primer lugar, amoníaco en el ácido fosfórico en una proporción en moles de $\text{NH}_3 / \text{H}_3\text{PO}_4$ mayor de 1, y después de esto el precipitado de impurezas es separado y, en segundo lugar, se añade y se mezcla suficiente cantidad de amonio y de cloruro de sodio. Alternativamente, en primer lugar, se añade amoníaco al ácido fosfórico al mismo tiempo que se añade a esto también una parte o la totalidad de cloruro de sodio, y después de esto el precipitado de impurezas es separado y, en segundo lugar, se añade la cantidad suficiente de amoníaco y/o de cloruro de sodio. Se puede utilizar cualquier sal industrial como cloruro de sodio, y la proporción en moles de $\text{H}_3\text{PO}_4 : \text{NH}_3 : \text{NaCl}$ en la solución resultante es mantenida en 1:1,5-2,7:0,8-2,5. Particularmente es importante el ajuste de la proporción en moles de cloruro de sodio a ácido fosfórico. En el caso en que la proporción en moles de cloruro de sodio a ácido fosfórico es menor que el margen anterior, se reducirá el rendimiento del fosfato. En el caso en que ésta sea mayor que el margen anterior, no solamente se reducirá el rendimiento del fosfato sino que también se degradará su pureza. Además, la cantidad de amoníaco es mantenida en una proporción en moles de $\text{NH}_3 / \text{H}_3\text{PO}_4$ de 1,5-2,7 por mol de ácido fosfórico. En el caso en que la proporción en moles de amoníaco a ácido fosfórico sea menor que este margen, el rendimiento del fosfato será reducido notablemente. En el caso en que esta sea mayor que el margen antes especificado, el contenido de amoníaco en las aguas madres después de la separación del fosfato se hará tan alto que requerirá equipo de recuperación adicional. En el caso de utilizar sal de cloruro de sodio industrial

30
 14.1.69



que contiene impurezas, se recomienda añadirla simultáneamente con amoníaco y eliminar las impurezas juntamente con las impurezas del ácido fosfórico.

5 Además, para producir el fosfato utilizando cloruro de sodio y fosfato de monoamonio como los materiales de partida, se añade adicionalmente amoníaco a una solución de fosfato de monoamonio y cloruro de sodio. Como fosfato de amonio se pueden utilizar cualquiera de fosfato de monoamonio, hidrógeno-fosfato de diamonio, o una mezcla de éstos.

10 Sin embargo, la cantidad adicional de amoníaco puede ser hecha variar dependiendo de la concentración de amoníaco deseado en la solución resultante y, en el caso en que se utiliza hidrógeno-fosfato de diamonio, no se requiere sustancialmente una nueva adición de amoníaco, o se puede

15 añadir una cantidad muy pequeña de éste.

Para preparar una solución que consiste sustancialmente en ácido fosfórico, amoníaco y cloruro de sodio, cuando se emplean ácido fosfórico, amoníaco y cloruro de sodio como materias primas, el calor de neutralización con

20 amoníaco es utilizado de manera eficaz para la preparación de la solución. No obstante, en el caso en que no se puede utilizar eficazmente el calor de neutralización con amoníaco tal como en el caso de utilizar el fosfato de amonio y cloruro de sodio, es necesario algún calentamiento externo.

25 Las impurezas precipitadas procedentes del ácido fosfórico de procedimiento en húmedo y del manantial de cloruro de sodio, pueden ser separadas apropiadamente después de completarse la reacción o durante el procedimiento de preparar la solución a la temperatura apropiada para separarlo.

30 Las impurezas pueden ser separadas de una manera apro-

14.1.69



5 piada, tal como filtración, sedimentación centrífuga o sedimentación estática. Estas impurezas separadas pueden ser utilizadas como materias primas para fertilizantes tal como están o después de recuperar el ácido fosfórico soluble en agua y el amoniaco contenidos en ella, mediante lavado con agua.

10 Para separar hidrógeno-fosfato de sodio y amonio y cloruro de amonio desde la solución así preparada, se puede utilizar el siguiente método. Cuando esta solución es enfriada en primer lugar hasta menos de 30°C o preferiblemente de 30 a 10°C, se separa por cristalización primeramente hidrogenofosfato de sodio amonio. Estos cristales pueden ser separados de una manera apropiada tal como se menciona anteriormente. Si la temperatura es mayor de 50°C
 15 el rendimiento de hidrógeno-fosfato de sodio y amonio es reducido. Además, en el caso en que la solución es enfriada hasta menos de 10°C, la solución ha de ser diluída y aumenta la cantidad de refrigerante requerido, lo cual no es rentable.

20 Los cristales de fosfato separados son lavados con una pequeña cantidad de agua y después son secados. Los cristales de fosfato resultantes no contienen sustancialmente impurezas tales como hierro, aluminio, magnesio, cloro, flúor y silicio, y tienen una pureza muy alta.

25 Las aguas madres son concentradas usualmente por caldeo, y a continuación se cristaliza cloruro de amonio a una temperatura (preferiblemente por encima de 30°C) mayor que la temperatura a la que se separa por cristalización hidrógeno-fosfato de sodio y amonio. Los cristales de cloruro de amonio son separados y secados tal como están o
 30



después de ser lavados con agua. Como solo una pequeña cantidad de ácido fosfórico está contenida en los cristales de cloruro de amonio y casi la cantidad total del ácido fosfórico queda en las aguas madres, las aguas madres, después de la separación de cloruro de amonio, pueden ser recirculadas al sistema de materia prima. Así, repitiendo la cristalización alternada de hidrógeno-fosfato de amonio y sodio y cloruro de amonio, y recirculando las aguas madres al sistema de materias primas, se hace posible recuperar casi toda la cantidad de ácido fosfórico y de amoniac

5
10

co y/o de fosfato de amonio y cloruro de sodio, en forma de hidrógeno-fosfato de sodio y amonio y cloruro de amonio. Si se desea, la solución después de la separación de cristales de hidrógeno-fosfato de sodio y amonio puede ser utilizada tal como está o después de la separación adicional de cloruro de amonio, como materia prima para un fertilizante compuesto líquido o sodio.

15

El presente invento será explicado de manera más concreta en lo que sigue, con referencia a los ejemplos, por los que no está limitado el invento y en los cuales el porcentaje es en peso a menos que se especifique otra cosa

20

Ejemplo 1.- 1.000 g de ácido fosfórico de procedimiento en húmedo (29,55% P_2O_5 , 3,60% SO_3 , 0,75% Fe_2O_3 , 0,46% Al_2O_3 , 0,31% MgO , 0,14% CaO , 2,02% F y 0,99% SiO_2) fueron neutralizados bajo un estado de ebullición con amoniac gaseoso inyectado hasta que la proporción en moles de NH_3/H_3PO_4 se hizo de 1,5. El precipitado de impurezas formado en la solución resultante fué separado por centrifugación bajo el estado de temperatura en que estaba. Las impurezas separadas fueron lavadas con agua, se recuperaron

25
30



ácido fosfórico soluble en agua y amoniaco y se devolvieron
 a las aguas madres. Mientras que las aguas madres resul-
 tantes (240 g.) estaban siendo neutralizadas adicionalmen-
 te con amoniaco gaseoso inyectado hasta que la proporción
 5 en moles de $\text{NH}_3/\text{H}_3\text{PO}_4$ se hizo de aproximadamente 2,3 se
 añadieron y disolvieron 223 g. de sal común. A continua-
 ción, la solución fué enfriada hasta 25°C . Los cristales
 formados de hidrógeno-fosfato de sodio y amonio fueron se-
 parados por filtración, fueron lavados y después fueron
 10 secados con aire para obtener 629 g. de cristales secos.
 El análisis de los cristales de hidrógeno-fosfato de sodio
 y amonio fué el siguiente:

8,05% NH_3 , 14,51% Na_2O , 33,45% P_2O_5 ,
 0,07% Cl , 0,08% SO_3 , 0,006% Fe_2O_3 ,
 15 0,005% Al_2O_3 , 0,003% MgO , 0,01% CaO ,
 0,09% F y 0,01% SiO_2 .

Las aguas madres, después de la separación de
 cristales de hidrógeno-fosfato de sodio y amonio, que te-
 nían la siguiente composición analítica, fueron utilizadas
 20 como materia prima para fertilizantes compuestos:

8,49% NH_3 , 2,31% Na_2O , 4,99% P_2O_5 ,
 12,42% Cl , 2,28% SO_3 , 0,04% Fe_2O_3 ,
 0,10% Al_2O_3 , 0,013% MgO , 0,04% CaO ,
 1,13% F y 0,49% SiO_2 .

25 Ejemplo 2.- 153 g. de fosfato de monoamonio fue-
 ron disueltos en 575 g. de agua, y se añadieron a esto 155
 g. de sal común al tiempo que se inyectaban 22,5 g. de amo-
 niaco gaseoso. Después, la solución fué enfriada hasta 25°C
 y los cristales de hidrógeno-fosfato de sodio y amonio fue-
 30 ron separados por filtración, fueron lavados con agua, y



1969

después fueron secados con aire, para obtener 237 g. de los cristales secos.

Los valores analíticos del producto de hidrógeno-fosfato de amonio y de las aguas madres (incluyendo la solución que resulta del lavado de los cristales de hidrógeno-fosfato de sodio y amonio) fueron los siguientes:

	NH ₃	Na ₂ O	P ₂ O ₅	Cl
hidrógeno-fosfato de sodio y amonio (%)	8,14	14,72	33,95	0,05
Aguas madres (%)	3,38	6,50	1,64	13,20

Las aguas madres fueron utilizadas como materia prima para fertilizantes compuestos sólidos.

Ejemplo 3.- 75 g. de sal común y 530 g. de amoníaco acuoso al 28% fueron añadidos a 1.000 g. de ácido fosfórico de procedimiento en húmedo (30,17% P₂O₅, 3,52% SO₃, 0,63% Fe₂O₃, 0,48% Al₂O₃, 0,57% MgO, 0,16% CaO, 1,98% F y 1.06% SiO₂) y el precipitado de impurezas fue separado por filtración bajo su estado de temperatura. Las impurezas separadas fueron lavadas con agua para recuperar ácido fosfórico soluble en agua y amoníaco. La solución de lavado fué añadido a las aguas madres. A continuación se mezclaron 385 g. de sal común y se disolvieron en las aguas madres resultantes (1.730 g.). A continuación, la solución fué enfriada hasta 10°C. Los cristales formados de hidrógeno-fosfato de sodio y amonio fueron separados por filtración, fueron lavados con agua y después fueron secados con aire, para obtener 712 g. de cristales de hidrógeno-fosfato de sodio y amonio. Los valores analíticos del producto y de las aguas madres (mezcladas con la solución de lavado que resultó de lavar los cristales de hidrógeno-fosfato de



sodio y amonio), fueron los siguientes:

	hidrógenofosfato de sodio y amonio	Aguas madres
	NH ₃ 8,12 %	5,71 %
5	Na ₂ O 14,79	8,06
	P ₂ O ₅ 34,0	1,82
	Cl 0,08	17,23
	SO ₃ 0,06	1,55
	Fe ₂ O ₃ 0,002	0,017
10	Al ₂ O ₃ 0,002	0,047
	MgO < 0,001	0,004
	CaO 0,01	0,017
	F 0,001	0,28
	SiO ₂ < 0,001	0,01
15		

Las aguas madres, tal como estaban, fueron utilizadas como materia prima para fertilizantes compuestos.

Ejemplo 4.- 780 g. de la solución últimamente descrita que resulta de lavar hidrógeno-fosfato de sodio y amonio, y 880 g. de las aguas madres, después de la separación de cristales de cloruro de amonio, fueron mezclados con una solución obtenida disolviendo 880 g. de hidrógeno-fosfato de diamonio en forma de polvo en 1.380 g. de agua, y al mismo tiempo se añadieron a ésto 390 g. de sal común. La mezcla fué calentada a una temperatura de aproximadamente 80°C. Después, la solución fué enfriada hasta 10°C. Los cristales formados de hidrógeno-fosfato de sodio y amonio fueron separados por filtración, fueron lavados con agua y después fueron secados con aire para obtener 1.392 g. de cristales secos de hidrógeno-fosfato de sodio y amonio.



Los primeros 200 g. de la solución de lavado fueron mezclados con las aguas madres, y 785 g. del resto fueron recirculados para ser utilizados en el sistema de materia prima del siguiente ciclo. Los valores analíticos del hidrógeno-fosfato de sodio y amonio y de las aguas madres fueron los siguientes:

	NH ₃	Na ₂ O	P ₂ O ₅	Cl
	(%)	(%)	(%)	(%)
5 Hidrógenofosfato de sodio y amonio	8,10	14,75	33,92	0,03
10 Aguas madres	7,29	1,32	3,05	13,70

A continuación, 2.830 g. de las aguas madres con la adición de 270 g. de la solución de lavado, obtenida lavando los cristales de cloruro de amonio último descritos, fueron calentados para obtener 1.330 g. de un concentrado. El concentrado fué enfriado hasta 50°C. Los cristales formados de cloruro de amonio fueron separados por filtración fueron lavados con agua y después fueron secados para obtener 356 g. de cristales de cloruro de amonio. Los primeros 65 g. de la solución de lavado obtenida lavando cristales de cloruro de amonio fueron mezclados con las aguas madres después de la separación de cloruro de amonio, y fueron devueltos para ser utilizados en la solución antes de la separación de cristales de hidrógeno-fosfato de sodio y amonio en el siguiente ciclo, y al mismo tiempo 265 g. del resto de la solución de lavado fueron mezclados para utilizarse en la operación de cristalización de cloruro de amonio del siguiente ciclo. Los valores analíticos de los cristales de cloruro de amonio y de las aguas madres (mezcladas con una parte de la solución de lavado de cloruro de amonio), después de la separación de cloruro de amonio, fueron los



siguientes:

	NH ₃ (%)	Na ₂ O (%)	P ₂ O ₅ (%)	Cl (%)
Cloruro de amonio	31,5	0,05	0,08	66,4
5 Aguas madres	10,23	4,20	9,68	17,20

Ejemplo 5.- 1,87 Kg. de sal industrial (49,9% Na₂O, 57,2% Cl, 0,47% SO₃, 0,09% CaO y 0,31% MgO) fueron añadidos a una mezcla de 3,85 Kg. de las aguas madres (11,0% NH₃, 4,15% Na₂O, 10,35% P₂O₅, 15,1% Cl, 4,02% SO₃, 0,92 % F, 0,18% Fe₂O₃, 0,04% Al₃O₃, 0,04% CaO, 0,08% MgO y 0,16% SiO₂) que resultan de la separación de cloruro de amonio que se explicará más tarde, y 7,1 Kg. de ácido fosfórico de procedimiento en húmedo (29,9% P₂O₅, 2,93% SO₃, 0,77% Fe₂O₃, 0,51% Al₂O₃, 0,18% MgO, 0,11% CaO, 1,85% F y 0,98% SiO₂). A continuación, se inyectó amoníaco gaseoso dentro de la mezcla de manera que la proporción molar (NH₃/H₃PO₄) de amoníaco a ácido fosfórico se hizo de 2,2 y el precipitado de impurezas fue separado por filtración. Las impurezas separadas fueron lavadas con agua u se recuperaron ácido fosfórico soluble en agua y amoníaco, y se mezclaron con la solución refinada después de la separación de las impurezas para obtener 13,5 kg de una solución refinada. A continuación, esta solución refinada fué enfriada hasta 10°C y el hidrógeno-fosfato de sodio y amonio depositado fue separado por filtración, fué lavado con agua y después fué secado con aire para obtener 5,43 kg. de cristales secos de hidrógeno-fosfato de sodio y amonio. Los valores analíticos de hidrógeno-fosfato de sodio y amonio fueron los siguientes:

30
14.1.68



, 8,11% NH₃, 14,70% Na₂O, 33,75% P₂O₅,
 0,09% Cl, 0,05% SO₃, 0,001% F,
 0,002% Fe₂O₃, 0,002% Al₂O₃, 0,01% CaO,
 0,001% MgO y 0,002% SiO₂.

5 La solución resultante de lavar con agua el hidrógeno-fosfato de sodio y amonio fué mezclada con las aguas madres, la mezcla fué calentada para formar un concentrado de 5,8 kg., y después enfriada hasta 50°C, y el cloruro de amonio cristalizado fué separado por centrifugación
 10 para obtener 1,57 kg. de cristales de cloruro de amonio.

Los valores analíticos de los cristales de cloruro de amonio obtenidos y de las aguas madres, después de la separación de cloruro de amonio, fueron los siguientes:

	Cloruro de amonio	Aguas madres
15 NH ₃	29,30 %	11,11 %
Na ₂ O	0,32	4,02
P ₂ O ₅	0,81	10,0
Cl	60,86	14,30
20 SO ₃	0,98	5,86
F	1,75	0,76
Fe ₂ O ₃	0,024	0,13
Al ₂ O ₃	0,0004	0,09
CaO	0,02	0,06
25 MgO	0,017	0,09
SiO ₂	0,35	0,18

Las aguas madres fueron devueltas, mezcladas y utilizadas en el sistema de materias primas del siguiente ciclo.

30



La presente solicitud que corresponde a la presentada en Japón, con fecha 6 de Diciembre de 1.967, bajo el número 78572/67, se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

5

REIVINDICACIONES

10

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.

15

1.- Un procedimiento para producir hidrógeno-fosfato de sodio y amonio ($\text{NaNH}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) con la producción conjunta de cloruro de amonio, que comprende disolver en un sistema acuoso, a la temperatura de ebullición o cerca de ella, los materiales que consisten principalmente en ácido fosfórico, amoniaco y cloruro de sodio, o en fosfato de amonio y cloruro de sodio, en una proporción en moles de $\text{H}_3\text{PO}_4 : \text{NH}_3 : \text{NaCl}$ de 1:1,5-2,7:0,8-2,5, separar el precipitado de impurezas a una temperatura mayor que la temperatura a la que precipita hidrógeno-fosfato de sodio y amonio, enfriar la solución hasta por debajo de 50°C , preferiblemente hasta 30 a 10°C , separar los cristales formados de hidrógeno-fosfato de sodio y amonio, que son lavados y secados.

25

30

2.- Un procedimiento según la reivindicación 1, en que las aguas madres después de la separación de los cristales de fosfato, son utilizadas, tal como están o después de ser concentradas, como una materia prima para fertilizantes.

14.1.69



1968

3.- Un procedimiento según la reivindicación 1, en que las aguas madres, después de la separación de los cristales de fosfato, son concentradas y se forman cristales de cloruro de amonio a una temperatura mayor que la temperatura a la que cristaliza hidrógeno-fosfato de sodio y amonio, y los cristales seon separados.

4.- Un procedimiento para producir hidrogenofosfato de sodio y amonio.

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

La presente Memoria consta de veinte hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, 20 ENE. 1969

P.A.

Alonso de Lizasoain
Pat. Esp.

14.1.69

A.A.B.

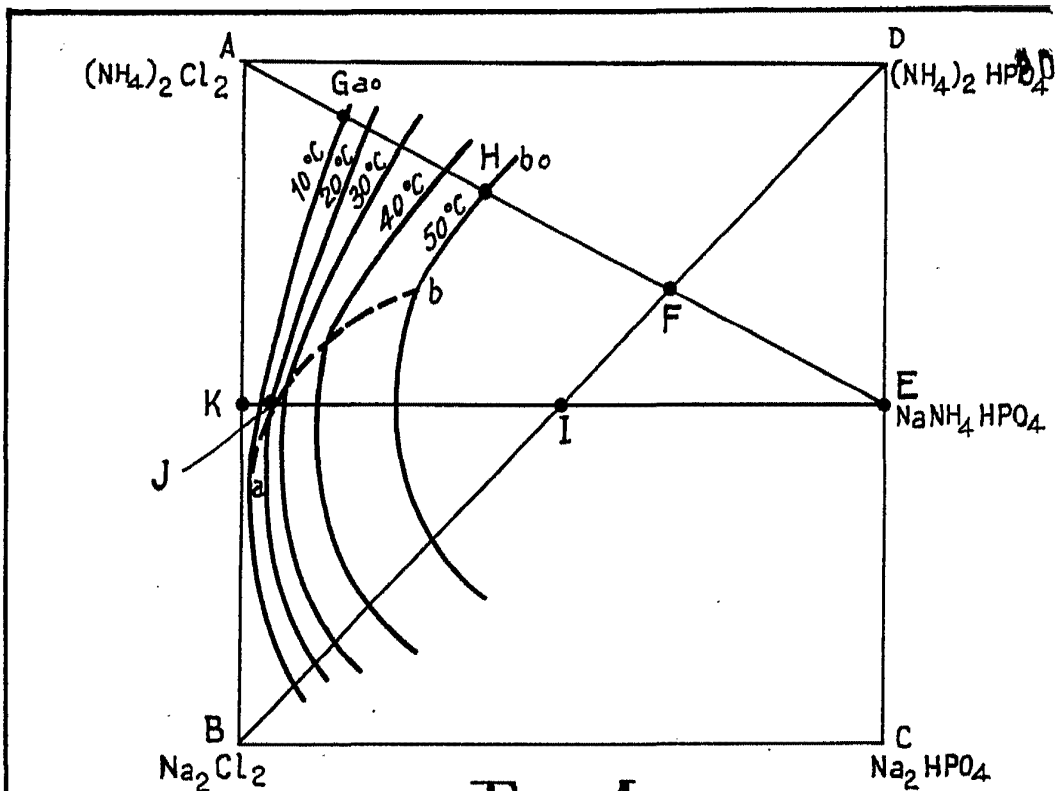


Fig: 1

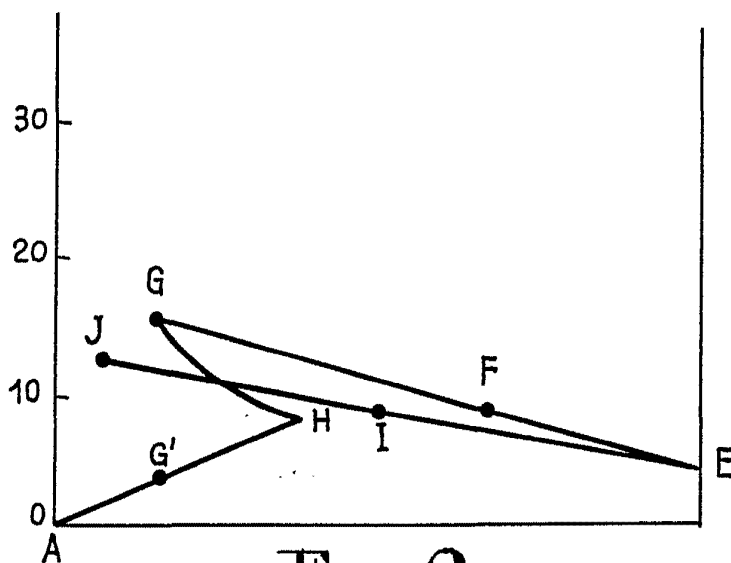


Fig: 2

ESCALA VARIABLE

Albano An. Elizalde
P. 40 180

Handwritten signature or initials.