

672057

372058
P. 42.815.3

1000/69

SECCION TECNICA	
CLASIFICACION I. P. C.	
CLASE <u>B 01</u>	<u>C 01</u>
SUBCLASE <u>J</u>	<u>B</u>

372057

372057

Memoria descriptiva



para solicitar **PATENTE DE INVENCION**

por 20 años

a nombre de **SOCIETE INDUSTRIELLE D'ACIDE PHOSPHORIQUE ET D'ENGRAIS (SIAPE)**

entidad / de nacionalidad **sociedad anónima tunecina**

con domicilio en **30. Avenue Tahar, Sfax, Túnez.**

por: **"REACTOR PARA LA FABRICACION, PREFERENTEMENTE CONTINUA, DE ACIDO FOSFORICO POR VIA HUMEDA".-**
(Clase Internacional COLb)

30 SEP. 1969



El presente invento se refiere a un reactor que permite fabricar ácido fosfórico por vía húmeda, a partir de fosfato natural y de ácido sulfúrico concentrado o diluido.

5 Es clásico producir ácido fosfórico atacando el fosfato natural en fase líquida acuosa con ácido sulfúrico y filtrando la mezcla obtenida de ácido fosfórico y de sulfato de calcio precipitado.

10 En este procedimiento, la dificultad reside en la necesidad de obtener cristales de sulfato de calcio, cuyas dimensiones y forma sean tales que puedan ser separados con facilidad por filtración. Se sabe que los cristales de yeso o de dihidrato $\text{SO}_4\text{Ca} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ son los que se prestan mejor a la filtración y al lavado. Se intenta por
15 lo tanto, en general, mantener en las cubas de reacción una temperatura y una concentración de P_2O_5 suficientemente bajas para obtener con certidumbre una precipitación de dihidrato. Por otra parte, se admite que la precipitación del sulfato de calcio es tanto mas regular y proporciona
20 cristales tanto más fácilmente filtrables cuanto más rápida es la dispersión del ácido sulfúrico en la pasta en reacción. Así, se lleva a cabo en general el mezclado de la pasta fosfórica y del ácido sulfúrico agitando lo más violentamente que sea posible.

25 El presente invento propone un reactor que permite responder simultáneamente a los tres objetos siguientes.

- Obtención de una mezcla íntima de los constituyentes y en un corto período de tiempo.

30 - Evacuación eficaz del calor de reacción, lo

372057

cual permite controlar la temperatura del medio de reacción.

5 - Realización de una circulación intensa del medio de reacción lo cual permite una dispersión rápida de las fases líquidas que tienden a sobresaturarse en contacto con los productos de nueva aportación introducidos.

10 Así, el reactor según el invento responde esencialmente a las necesidades de una producción, continua y a gran escala, de ácido fosfórico por el procedimiento de vía húmeda.

La concepción del nuevo reactor en cuestión aprovecha ciertas enseñanzas de la patente francesa número 1.122.463. El procedimiento de fabricación de ácido fosfórico descrito en esta patente consiste fundamentalmente en poner en presencia una pasta de fosfato extendida en agua, preferiblemente agua cargada con ácido fosfórico y que proviene del lavado del sulfato de calcio obtenido de una operación precedente, y ácido sulfúrico, en cantidades respectivas calculadas para mantener el contenido deseado de P_2O_5 en la mezcla de reacción, en un recinto con cubierta sensiblemente estanca, de volumen relativamente muy grande con relación a la cantidad de mezcla de pasta de fosfato y de ácido fosfórico tratado en cada instante, y en remover la mezcla de reacción de manera suficientemente enérgica para determinar su proyección bajo forma de gotitas en la atmósfera que se encuentra encima de dicha mezcla en el recinto, al mismo tiempo que se renueva de manera continua esta atmósfera por circulación de una corriente de aire cuyo caudal es tanto más grande cuanto más baja es la temperatura deseada para la reacción, reali-

15
20
25
30

372057

30 SEP.



zándose la introducción y la evacuación de la mezcla de
reacción dentro y fuera del recinto, respectivamente, de
modo preferente de manera continua con un caudal previa-
mente determinado para asegurar una reacción lo más com-
5 pleta que sea posible en el recinto. La patente francesa
1.122.465 describe igualmente un dispositivo para la pue-
ta en práctica de tal procedimiento, que comprende en par-
ticular, además de los medios de introducción y de evacua-
ción de los reactivos, un agitador constituido por un dis-
10 co provisto de paletas periféricas y que determina la pro-
yección de la pasta bajo forma de gotitas, así como conduc-
tos de entrada y de evacuación de aire, que desembocan en
la proximidad de la parte superior de la cuba.

El reactor que constituye el objeto del presente
15 invento se presenta bajo la forma general de un recipiente
cilíndrico con cubierta sensiblemente estanca, con medios
para hacer circular dentro de él aire en la proximidad de
la parte superior, y comprende esencialmente:

(1) Una primera cuba cilíndrica,

20 (2) Una segunda cuba cilíndrica, situada en el
interior de la primera cuba y cuyo eje es paralelo al de
esta última, pero en una posición excéntrica, lo cual de-
limita en el reactor una primera zona, que corresponde al
interior de la segunda cuba, y una segunda zona, anular,
25 situada entre la primera y la segunda cubas, y que tiene
una sección en forma de media luna, desembocando los me-
dios de introducción de los reactivos (fosfato, ácido sul-
fúrico, agua que proviene preferentemente de las aguas de
lavado del yeso producido por una operación precedente)
30 en la parte superior de dicha segunda cuba, la cual posee

30 SEP. 1969



en la base al menos un orificio que comunica con la primera cuba, y, a un cierto nivel, correspondiente al de los reactivos, al menos otro orificio para la evacuación del medio de reacción.

5 (3) Dos paredes radiales de separación que se extienden entre la primera y la segunda cubas, en la parte de la zona en forma de media luna en que la distancia entre la primera y la segunda cubas es próxima a la mínima, lo cual delimita en el reactor una tercera zona comprendida entre dichas paredes y la periferia de cada cuba, poseyendo una de dichas paredes al menos un orificio que comunica con la segunda zona.

10 (4) Al menos un rotor principal constituido por un agitador de paletas verticales y dispuesto sensiblemente en el eje de la segunda cuba.

15 (5) Una pluralidad de agitadores repartidos en la segunda zona anular.

20 (6) Al menos un agitador dispuesto en la tercera zona para la evacuación de la mezcla de ácido fosfórico y de yeso.

El volumen total de la primera cuba está determinado evidentemente en función de la cantidad de ácido fosfórico que se ha de producir.

25 El rotor principal actúa como una bomba centrífuga. Presenta, por ejemplo, cuatro paletas verticales. El árbol del rotor puede prolongarse con un agitador en forma de hélice que remueve en profundidad la masa del medio en curso de reacción.

30 La masa de reacción, que se presenta bajo forma de una fase líquida grosera, penetra en la segunda cuba por

372057



uno o varios orificios, por ejemplo dos, situados en la base de esta cuba. Gracias al trabajo de bombeo realizado por el rotor, la masa circula globalmente de abajo a arriba a través de la segunda cuba y sale por rebose por un orificio que desemboca en la segunda zona. Unas válvulas o registros de regulación pueden equipar la pared de la segunda cuba, en la entrada y en la salida de los reactivos.

Los agitadores repartidos en la segunda zona son ventajosamente del tipo de doble turbina, estando sumergida una de las turbinas mientras que la otra está semisumergida, con excepción del último agitador (cuando éstos se cuentan en el sentido de la circulación de los reactivos), estando dispuesto dicho agitador frente al orificio practicado en la base de la segunda cuba y no poseyendo más que una turbina semisumergida de velocidad regulable.

Según otra característica complementaria y ventajosa del invento, el espacio comprendido entre el nivel del líquido y la cubierta del reactor es mantenido en un valor pequeño, esto con el fin de aumentar la velocidad de circulación de aire.

El invento será ilustrado con más detalle con referencia a los dibujos esquemáticos anejos, en los cuales:

- la figura 1 es una vista en planta esquemática de la disposición general del reactor.

- la figura 2 representa, de una menra más detallada, la segunda cuba con la cubierta y el rotor principal, así como la segunda zona del reactor que se encuentra al nivel de la salida de los reactivos de la segunda cuba.

Para comodidad de la exposición, las caracterís-

372057



ticas de estructura de los diversos órganos del reactor serán descritas al mismo tiempo que su función, lo cual permitirá precisar el papel de los medios del invento.

5 Con referencia a los dibujos anejos, el reactor
está constituido esencialmente por una cuba grande cilíndrica 1 cuyo volumen total es función del tonelaje diario previsto para el reactor. La cuba 1 está obturada en su parte superior por una cubierta sensiblemente estanca 21. En el interior de esta cuba cilíndrica 1 se encuentra una
102 segunda cuba 2 igualmente cilíndrica y que se encuentra situada detrás del centro de la primera cuba. Por consiguiente, el volumen de la cuba grande 1 está repartido en dos zonas, una de las cuales la 3, la más pequeña, es cilíndrica, y la segunda 4 está en forma de media luna. Esta
15 media luna 4 ó pasillo anular está dividida en la parte mas estrecha por dos muros 5, 6 de separación que forman una tercera zona 7. Esta última, la más pequeña, servirá de recipiente de bombeo para la evacuación.

 En la parte cilíndrica interior 3 se encuentra
20 el rotor 8 tal como se representa en la figura 2; el rotor 8 está constituido por un agitador 9 con cuatro paletas verticales 10. Girando en la cuba cilíndrica 2, el rotor 8 actúa como bomba centrífuga. En la base del cilindro interior 2, se encuentra un orificio 11 que permite la entrada de los productos de reacción recirculados. Otro orificio 12 puede estar dispuesto igualmente de modo ventajoso en la base del cilindro 2, con el mismo fin, para favorecer la repartición de los productos recirculados. A la
25 altura del nivel del líquido en la cuba 2 se encuentra un
30 segundo orificio 13 que permite la salida de la pasta así

372057

30 SEP.



bombeara por el rotor 8. El medio líquido impulsado al nivel superior de la cuba cilíndrica 2 es evacuado a la zona del pasillo 4 en forma de media luna y, después de haber recorrido ésta, vuelve a la zona cilíndrica por el orificio 11, 12 de la base más arriba mencionada (véanse flechas de circulación situadas en las figuras 1 y 2).

La alimentación de fosfato, de ácido sulfúrico y de agua de lavado que vuelve de la operación de filtración de yeso se efectúa en la parte cilíndrica central 2, es decir en la bomba propiamente dicha del reactor. El trabajo intenso del rotor 8 provoca un mezclado íntimo de los reactivos. La formación de espuma, provocada por la presencia de carbonato contenido en el fosfato natural, disminuye la densidad del líquido en esta zona. El trabajo de bombeo por el rotor 8 es por lo tanto intensificado aún más por el efecto de la diferencia de densidad, dado que la columna del líquido de la parte del pasillo 4 en forma de media luna tendrá una presión más fuerte que la contenida en el cilindro interior 2. Por esta causa, el desbordamiento desde el cilindro interior 2 hacia el pasillo 4 por el orificio 13 se encuentra acelerado aún más con ello. Dos válvulas de regulación (no representadas) en la entrada 11 y en la salida 13 de la cuba cilíndrica 2 permiten frenar el caudal de circulación con el fin de obtener las mejores condiciones según el fosfato utilizado. Los reactivos así alimentados se encuentran enérgicamente dispersados en un medio en circulación intensa, lo cual permite disiparlos muy rápidamente en un volumen muy grande y evitar al máximo elevados valores de sobresaturación. Al mismo tiempo, y dado que las paletas 10 del rotor traba-

372057

30 SEP 1968



5 jan en inmersión incompleta, se realiza una proyección
intensa 14 de pasta y de emulsión a través de la parte
superior del volumen cilíndrico. Al ser atravesada ésta
por una corriente de aire aspirada por un ventilador ex-
terior 15, se realiza un enfriamiento intenso del medio
líquido.

 La misma operación provoca igualmente la des-
trucción parcial de las espumas formadas en el curso de
la reacción,

10 La reacción, así como la desemulsificación de
la pasta, prosiguen en el pasillo 4 en forma de media lu-
na gracias a agitadores 16 con doble turbina dispuestos
en esta zona, estando provisto cada agitador con una tur-
bina sumergida y con una turbina semisumergida. Al final
15 de este espacio de reacción secundario formado por el pa-
sillo 4 en forma de media luna se encuentra en la parte
más estrecha, un agitador 17 que lleva solamente la turbi-
na inferior pero con velocidad regulable. Este agitador
17, colocado enfrente de la entrada 11, 12 en la base del
20 cilindro interior 2, permite aumentar y regular la presión
de entrada en este cilindro, es decir añadir un factor de
regulación al caudal de circulación. En el retorno del cir-
cuito de líquido a la parte inferior del espacio cilíndri-
co 3, es preciso evidentemente que no haya rotación cen-
25 trífuga que actuaría en el sentido contrario a la circula-
ción. Además, con este fin, se prevén en la base de esta
parte cilíndrica 2 rompecorrientes 18 que evitan tal movi-
miento. Con el fin de evitar decantaciones en esta parte,
un agitador 19 en forma de hélice, que está fijado en la
30 prolongación del árbol del rotor 8, permite mantener al

25.9.69

- 9 - 372057



sólido en suspensión y facilitar el movimiento ascenden-
te en esta zona 3. La pasta del pasillo 4 pasa por desbor-
damiento por encima de la pared 5 y llega a la zona de eva-
cuación 7, en la cual es removida por un agitador 18 y es
5 bombeada por 19 para llegar a la instalación de filtración.

Con el fin de obtener un máximo de eficacia des-
de el punto de vista de enfriamiento, el espacio 20 com-
prendido entre el nivel del líquido 3 y la cubierta 21
del reactor es mantenido en límites muy restringidos. Así,
10 el nivel medio del líquido, en régimen permanente, se en-
cuentra a poca distancia de la cubierta 21 que obtura de
manera sensiblemente estanca el reactor. Se aumenta de es-
ta manera la velocidad del aire que circula por esta zona.
La corriente de aire es aspirada igualmente a través del
15 pasillo 4 en forma de media luna en el que prosigue en
enfriamiento. Se puede también alcanzar y mantener el ni-
vel de temperaturas entre el punto de adición de los reac-
tivos y la pasta de retorno, lo cual favorece la cristali-
zación. La forma de media luna del pasillo 4 está adapta-
20 da particularmente para evitar corto-circuitos en el seno
del líquido, que tendrían como efecto ampliar el tiempo
de permanencia estadístico de las partículas en circuito
cerrado así como de las que van a la filtración por el
desbordamiento en la zona 7. En efecto, en un reactor de
25 cristalización, se sabe que la repartición estadística de
las edades (o tiempo de permanencia) medias de diferentes
partículas varía según las disposiciones interiores y de
los cortocircuitos posibles. El estrechamiento del pasillo
4 en forma de media luna permite reducir los efectos de
30 cortocircuitos en el seno del circuito interior. La dispo-

372057



sición de los orificios 11 y 12 para la recirculación, que pueden ser regulados y hechos variar, así como el caudal de recirculación, que puede ser controlado, permiten influir sobre el tiempo de permanencia estadístico de los cristales en este reactor.

Gracias a la disposición de este nuevo reactor, el invento permite realizar las condiciones fundamentales de una buena cristalización en la fabricación de ácido fosfórico. El rotor principal 8 constituye por si solo:

- 1º) Un aparato de mezclado íntimo sólido-líquido.
- 2º) Una bomba centrífuga con gran caudal que trabaja en la pasta emulsionada.
- 3º) Un enfriador de pasta por proyección a través del volumen superior del reactor.

4º) Un rompedor de espuma que destruye las espumas formadas durante el ataque, por el desprendimiento de gas carbónico y la presencia de materiales orgánicos.

Estas cuatro funciones, reunidas en una sola, permiten la introducción de todos los reactivos en la misma zona (zona 3).

Además, la disposición excéntrica de los dos cilindros 1 y 2 uno con relación al otro, permite, por intermedio de un agitador 17 con velocidad regulable, intensificar la circulación y controlar la permanencia estadística de las partículas que atraviesan el reactor.

A título de ejemplo, se ha realizado un reactor del tipo representado en las figuras 1 y 2, en las condiciones siguientes:

- Volumen del cilindro interior 2 3,500 m³
- Volumen del pasillo 4 en forma

372057



- de media luna 20,500 m³
- Volúmen de recirculación hora
ria regulable 80-200 m³
- Producción horaria de la pasta 6 m³

5 Estas cifras corresponden a aproximadamente 15 toneladas/día de producción de P₂O₅

- Acido sulfúrico añadido 1 m³/hora
- Fosfato añadido 2,25 t/hora con
29,3% de P₂O₅
- 10 - Temperaturas mantenidas en
el compartimiento de ataque 3 75°C
- Temperatura de salida de
la pasta 70°C
- Cantidad de aire aspirado a
través del sistema 4500 a 5000 m³ en
condiciones normales

15 - Densidad de la pasta que sale
del sistema, 1,5 a 1,6, lo
cual indica el desemulsiona-
miento de ésta, variando la
densidad de la pasta al comien-
zo de la reacción de 1 a 1,2
en el compartimiento de ataque
3, según la calidad del fos-
fato.

20 - El fosfato no atacado representa una cantidad inferior
a 0,5% del P₂O₅ total empleado en este régimen de ataque,
lo cual corresponde a una producción diaria de 1 tonelada
de P₂O₅ para un volúmen unitario de 1,6 m³ de mezcla de
reacción.

25 Esta solicitud que corresponde a la presentada
en Francia el 18 de noviembre de 1.968, bajo el número
PV 174.147, se acoge a los beneficios del artículo 51
del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

30

372057



REIVINDICACIONES

5 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:

10 1.- Reactor para la fabricación, preferentemente continua, de ácido fosfórico por vía húmeda, que se presenta bajo la forma general de un recipiente cilíndrico con cubierta sensiblemente estanca, con medios para hacer circular dentro de él aire en la proximidad de la parte superior, caracterizado porque comprende esencialmente:

15 (1) una primera cuba cilíndrica; (2) una segunda cuba cilíndrica, situada en el interior de la primera cuba y cuyo eje es paralelo al de esta última pero en una posición excéntrica, lo cual delimita en el reactor una primera zona, que corresponde al interior de la segunda cuba, y una

20 segunda zona, anular, situada entre la primera y la segunda cubas, y que tiene una sección en forma de media luna, desembocando los medios de introducción de los reactivos (fosfato, ácido sulfúrico, agua que proviene preferentemente de las aguas de lavado del yeso producido por una operación precedente) en la parte superior de dicha segunda

25 cuba, la cual posee en la base al menos un orificio que comunica con la primera cuba y, a un cierto nivel, que corresponde al de los reactivos, al menos otro orificio para la evacuación del medio de reacción; (3) dos paredes radiales

30 de separación que se extienden entre la primera y la segun-

26.9.69



5 da cubas, en la parte de la zona en forma de media luna
en que la distancia entre la primera y la segunda cubas es
próxima a la mínima, lo cual delimita en el reactor una
tercera zona comprendida entre dichas paredes y la perife-
ria de cada cuba, poseyendo una de dichas paredes al menos
un orificio que comunica con la segunda zona, (4) al menos
un rotor principal constituido por un agitador de paletas
verticales y dispuesto sensiblemente en el eje de la segun-
da cuba; (5) una pluralidad de agitadores repartidos en
10 la segunda zona anular; (6) al menos un agitador dispuesto
en la tercera zona para la evacuación de la mezcla de áci-
do forfórico y de yeso.

15 2.- Reactor según la reivindicación 1, caracte-
rizado porque el volumen total de la primera cuba es deter-
minado en función de la cantidad de ácido fosfórico que se
ha de producir.

20 3.- Reactor según la reivindicación 1, caracte-
rizado porque el rotor de paletas verticales, por ejemplo
en un número de cuatro, desempeña el papel de bomba cen-
trífuga y su árbol se prolonga hacia abajo por un agita-
dor en forma de hélice que remueve en profundidad la masa
del medio en curso de reacción.

25 4.- Reactor según la reivindicación 1, caracte-
rizado porque la segunda cuba presenta, en su base, dos
orificios para la entrada de los reactivos que provienen
de la segunda zona y un orificio para la salida por rebose
de los reactivos en la segunda zona, en que estos están
sometidos a una circulación forzada.

30 5.- Reactor según la reivindicación 1, caracte-
rizado porque unas válvulas o registros de regulación

30 SEP. 1969



equipaa la pared de la segunda cuba, a la entrada y a la salida de los reactivos.

5 6.- Reactor según la reivindicación 1, caracterizado porque los agitadores repartidos en la segunda zona son del tipo de doble turbina, estando sumergida una de las turbinas mientras que la otra está semisumergida, con excepción del último agitador (cuando éstos se cuentan en el sentido de la circulación de los reactivos), estando dispuesto dicho agitador frente al orificio practicado en la base de la segunda cuba y no poseyendo más que una turbina semisumergida de velocidad regulable.

10 7.- Reactor según la reivindicación 1, caracterizado porque el espacio comprendido entre el nivel del líquido y la cubierta del reactor es mantenido en un valor pequeño, ésto con el fin de aumentar la velocidad de circulación de aire.

8.- Reactor para la fabricación, preferentemente continúa, de ácido fosfórico por vía húmeda.

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

Esta Memoria consta de quince hojas escritas a máquina por una sola cara,

Madrid,

30 SEP. 1969

P. A.

Alberto de Eizaguru
Por Poder

372057

30 SEP

372057

FIG. 1

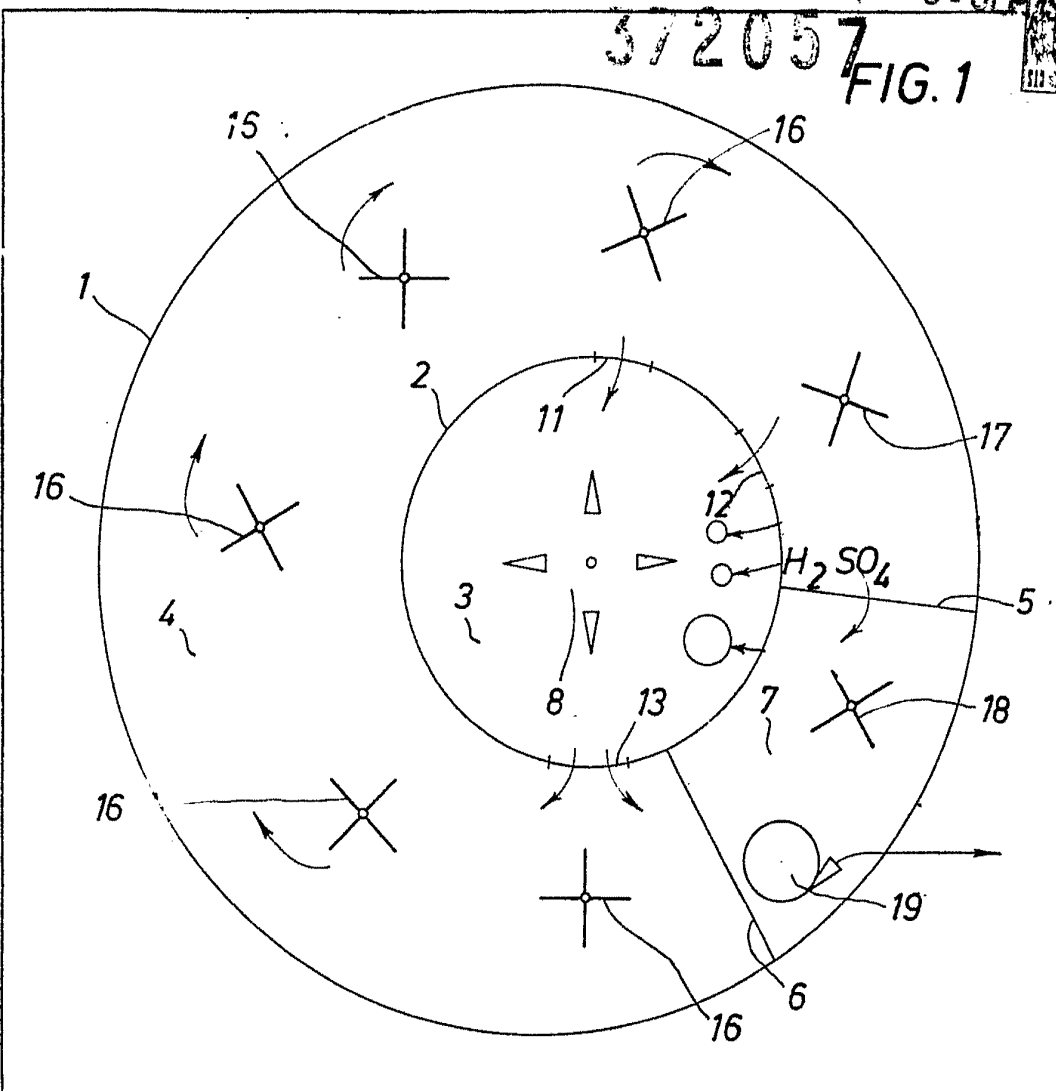
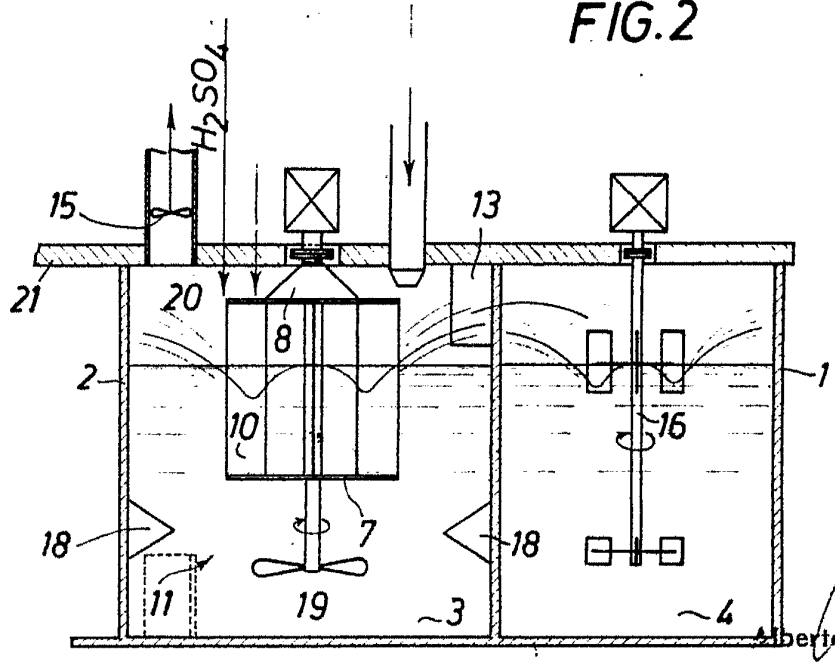


FIG. 2



Alberto de Elzaburu
Por Paris