

373542



1969

373542

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

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de una

PATENTE DE INVENCION

Solicitante: SODEREC.

Domicilio: 57 Avenue du Panorama, 92 -BOURG-LA-REINE, Francia

Enunciado: "PROCEDIMIENTO DE ENRIQUECIMIENTO DE MINERALES DE FOSFATOS".

Prioridad: De las solicitudes de patentes francesas Nº 174200 del 18 de Noviembre de 1968 y Nº 69 11597 del 15 de Abril de 1969.

CR.



La presente invención se refiere a un procedimiento de enriquecimiento de minerales de fosfatos de calcio con producción de carbonato de calcio industrialmente utilizable.

5 Es sabido que numerosos minerales de fosfatos contienen igualmente diversas impurezas, en particular cantidades importantes de carbonato de calcio.

10 Tales minerales son entonces, muy generalmente, antes de toda transformación ulterior, sometidos a un tratamiento destinado a su enriquecimiento en fosfatos. Para ello, es preciso, en particular, separar los fosfatos del carbonato de calcio que los mismos contienen; se procede entonces a un tratamiento en dos fases sucesivas, una que consiste en hacer sufrir al mineral una calcinación a una temperatura del orden de 900°C, y la otra consistente en eliminar físicamente, por medio de un lavado por ejemplo, la cal que se ha formado en el curso de esta calcinación.

15 Pero si en la mayor parte de los casos el tratamiento de los fosfatos tal como queda descrito es satisfactorio, existen numerosos minerales que no justifican tal tratamiento o que no permiten la obtención, cuando son sometidos a tal tratamiento, de un fosfato suficientemente puro para utilizarse o tratarse posteriormente. Tales minerales se consideran entonces como económicamente poco interesantes y no pueden valorarse. Estos minerales pueden clasificarse en dos tipos principales:

- 20
- 25 - minerales contentivos de cantidades demasiado importantes de carbonato de calcio; es fácil comprender que cuanto mayor sea la cantidad de carbonato cálcico presente en el mineral, más difícil y oneroso será eliminar este producto con miras a la obtención de un fosfato suficientemente rico;
 - 30 - minerales en los que los constituyentes fosfato y carbonato de calcio están muy íntimamente mezclados; en este caso, el

373542



1969

5

mineral puede contener cantidades importantes o pequeñas de carbonato cálcico, pero como consecuencia de la imbricación muy grande de las fases fosfatos y carbonatos entre ellas, es prácticamente imposible eliminar convenientemente el carbonato de calcio por aplicación de procedimientos conocidos.

10

15

20

La presente invención se refiere a un procedimiento perfeccionado de enriquecimiento de minerales de fosfatos contentivos de carbonato cálcico con recuperación de un carbonato cálcico puro utilizable industrialmente, procedimiento según el cual se tritura el mineral y se somete a una calcinación a una temperatura del orden de 950°C hasta la transformación de la mayor parte de dicho carbonato cálcico en óxido de calcio, caracterizado por el hecho de que la mezcla sólida así obtenida se trata, en suspensión en el agua, por una sal de amonio escogida entre el nitrato de amonio y el cloruro de amonio; por el hecho de que la suspensión obtenida se filtra de modo que se obtienen, por una parte, las partículas de fosfato enriquecido y, por otra parte, una solución de sal cálcica, y esta última solución se trata mediante gas carbónico y amoníaco para transformar la sal cálcica en carbonato de calcio, que se hace precipitar.

25

Mediante la realización del procedimiento según el invento, se obtiene un mineral de fosfatos enriquecido y no contiene cantidades notables de cal o de carbonato cálcico y que posee aproximadamente de un 30 a un 37 % de fósforo (calculado como P_2O_5); se obtiene además carbonato de calcio de muy buena calidad que se puede comercializar fácilmente.

30

El procedimiento según la invención puede realizarse según se indica en la figura única.

En esta figura, se ha representado en 1 el horno de tostación, en 2 el reactor de puesta en solución, en 3 el fil-



trado del fosfato enriquecido, en 4 el reactor de carbonización y en 5 la filtración con miras a la recuperación de carbonato de calcio.

5

El mineral de fosfato debe, en primer lugar, someterse a una calcinación; las condiciones que han de utilizarse en esta calcinación son conocidas; así, para un mineral cuya granulometría es de 0,25 mm, se utilizará una temperatura de 950°C y una duración de calcinación de aproximadamente 1 hora. Pero, es sabido que según la granulometría del producto sometido a calcinación y según su textura física, las condiciones óptimas de calcinación podrán variar.

10

Haremos observar, no obstante que:

15

- en general, es preferible triturar el mineral antes de someterlo a la operación de calcinación; esta trituración será efectuada hasta que los granos de mineral tengan dimensiones inferiores a aproximadamente 2 mm;

20

- la descomposición del carbonato de calcio contenido en el mineral se efectúa con salida de gas carbónico; este desprendimiento gaseoso provoca en numerosos minerales una desagregación de éste, de modo que se comprueba que la granulometría del mineral es menor después de la calcinación que antes de la misma. Esta desagregación es favorable para la continuación del procedimiento y puede, en ciertos casos, evitar una trituración demasiado acusada del mineral de partida.

25

Tras la calcinación, se somete el producto sólido obtenido a una reacción, en medio acuoso, con una sal de amonio escogida entre el cloruro de amonio y, de preferencia, el nitrato amónico. Esta reacción lleva a la solubilización, en el agua, de la cal, bajo forma de cloruro de calcio o de nitrato de calcio, según el reactivo utilizado, y a la formación de amoniaco.

30

373542



1969

5 Esta reacción entre una mezcla de sólidos y un líquido necesita, de preferencia, que los sólidos se hallen en estado muy disperso. Se opera, por lo común, sobre un polvo, procedente de la operación de calcinación, cuya granulometría es del orden de 0,25 mm. Esto implica que, en ciertos casos, sea preciso someter la mezcla producida por la calcinación a un nuevo fraccionamiento, que se puede, por otra parte efectuar muy fácilmente precipitando los sólidos calientes en agua fría, lo que provoca un choque térmico suficiente para desagregar las partículas sólidas procedentes de la calcinación.

10

Esta reacción de solubilización de la cal se efectúa a una temperatura comprendida entre 60 y 100°C y de preferencia, hacia 85°C; su duración es de aproximadamente 1 hora, y se utiliza, de preferencia un exceso de reactivo (cloruro amónico o nitrato amónico) de por lo menos 5 % con respecto a la estequiometría de la reacción.

15

A la salida del reactor de solubilización, la suspensión acuosa se filtra para recuperar los fosfatos insolubles. Se obtiene así la totalidad de los fosfatos inicialmente presentes en el mineral utilizado, pero estos fosfatos no contienen ya prácticamente cal ni carbonato de cal; se puede comprobar que el contenido en cal libre de los fosfatos recuperados es generalmente inferior al 1 % en peso.

20

El filtrado constituido por una solución acuosa contentiva esencialmente de cloruro o de nitrato de calcio y el exceso de cloruro amónico se trata a continuación en un reactor de carboamoniación por amoníaco y gas carbónico. La reacción se efectúa, por ejemplo, a la temperatura ambiente; la sal de calcio se transforma en carbonato de calcio, que precipita, y cloruro o nitrato amónico.

25

30



5

Por filtrado, se separa el precipitado constituido por carbonato de calcio muy puro, contentivo generalmente de menos de 1 % en peso de impurezas, del liquido, el cual está constituido por una solución acuosa de cloruro o nitrato amónico que se recicla.

En la figura única se ha representado un esquema de una instalación según el invento.

10

El mineral partido, triturado, hasta una granulometría de aproximadamente 100 micras, se introduce en 0, en un horno de tostación 1 y se calcina hacia los 900°C; gas carbónico y agua, que escapan del horno, se enfrían e introducen en el reactor 4, donde se hace la carboamoniación.

15

El mineral tostado se precipita en un reactor 2, agitado, que contiene una solución acuosa de cloruro o nitrato amónico; esta solución acuosa de cloruro o nitrato amónico, procedente del filtro 5, se introduce en este reactor por el conducto 10; sale de este reactor 2 por una parte un gas húmedo constituido esencialmente de amoníaco y, por otra parte, una suspensión de fosfatos en una solución acuosa de cloruro o nitrato de calcio y exceso de cloruro o nitrato amónico. Esta suspensión es filtrada en el filtro 3, de donde se retiran el fosfato o los fosfatos puros y una solución acuosa de cloruros o nitrato de calcio y de amonio que se envía al reactor 4.

20

25

Este reactor recibe dicha solución procedente de 3 y recibe igualmente amoníaco húmedo procedente del reactor 2 y gas carbónico húmedo procedente del horno 1. Se produce en este reactor una reacción de transformación del cloruro o nitrato de calcio y se retira una suspensión acuosa contentiva de un precipitado de carbonato de calcio y, en solución, cloruro o nitrato amónico. Esta suspensión se filtra en 4 para llevar a la obtención

30

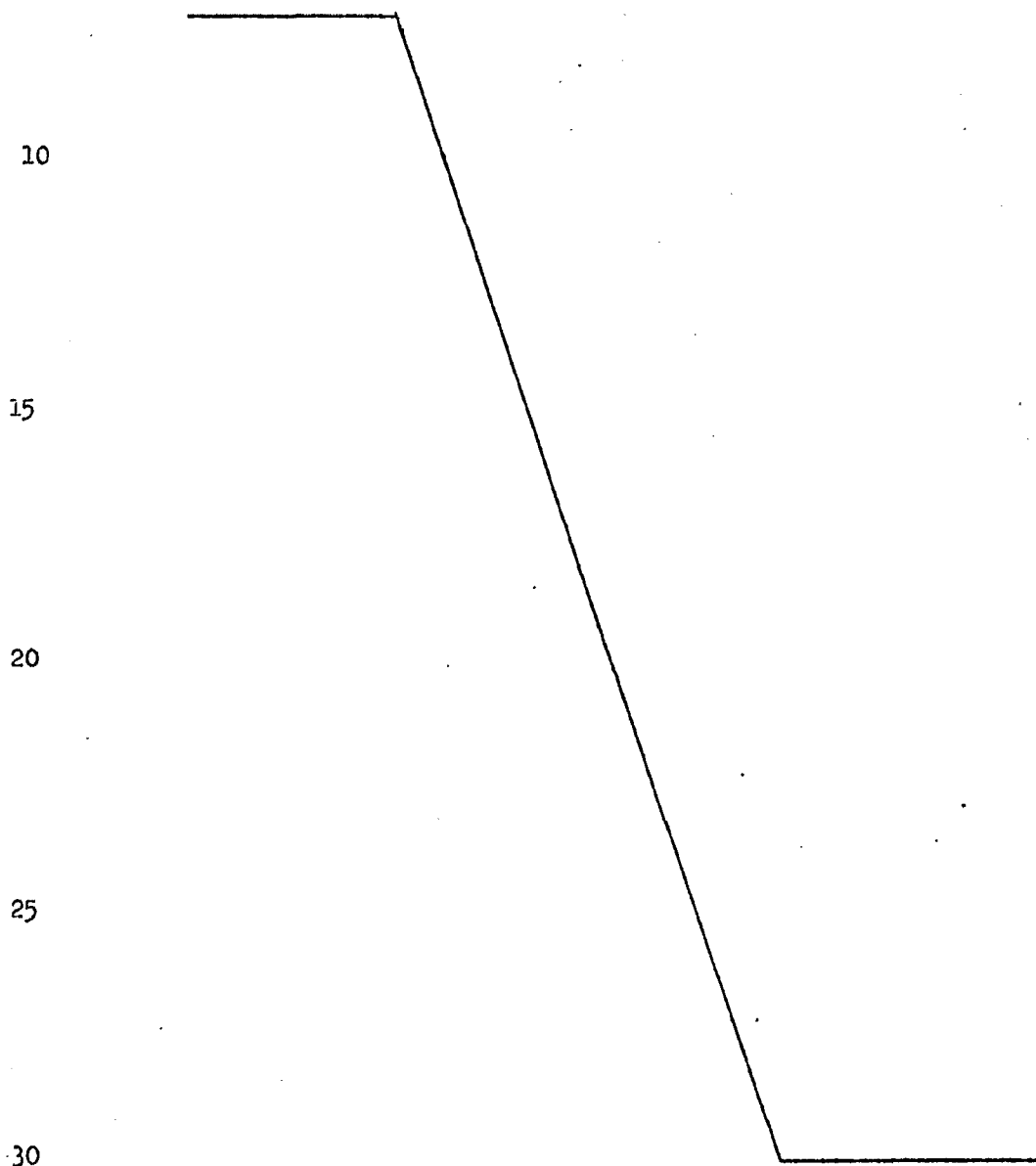
373542



1969

de carbonato de calcio puro y de una solución de cloruro o nitrato amónico que se recicla en el reactor 2, tras haber sido eventualmente concentrada, si es necesario.

En resumen, la Patente de Invención que se solicita
5 deberá recaer sobre la siguiente



373542



V. 1969

REIVINDICACION

1.- Procedimiento de enriquecimiento de minerales de fos-
fatos que contienen carbonato de calcio con recuperación de un
carbonato de calcio puro, según el cual se tritura el mineral y
se le somete a una calcinación a una temperatura del orden de los
950°C hasta la transformación de la mayor parte de dicho carbonato
de calcio en óxido de calcio, procedimiento caracterizado por el
hecho de que la mezcla sólida así obtenida se trata, en suspensión
en el agua y a una temperatura comprendida entre 60°C y la tempe-
ratura de ebullición del agua, por una sal amónica escogida entre
el cloruro y, de preferencia, el nitrato amónico; por el hecho de
que la suspensión obtenida se filtra de modo que se recupera, por
una parte el fosfato enriquecido insoluble, y por otra parte la
solución de la sal de calcio, y por el hecho de que esta última
solución es tratada por gas carbónico que puede provenir de la cal-
cinación y amoníaco, que puede proceder igualmente de una de las
reacciones efectuadas según la invención, con lo que se transforma
la sal de calcio en carbonato de calcio puro.

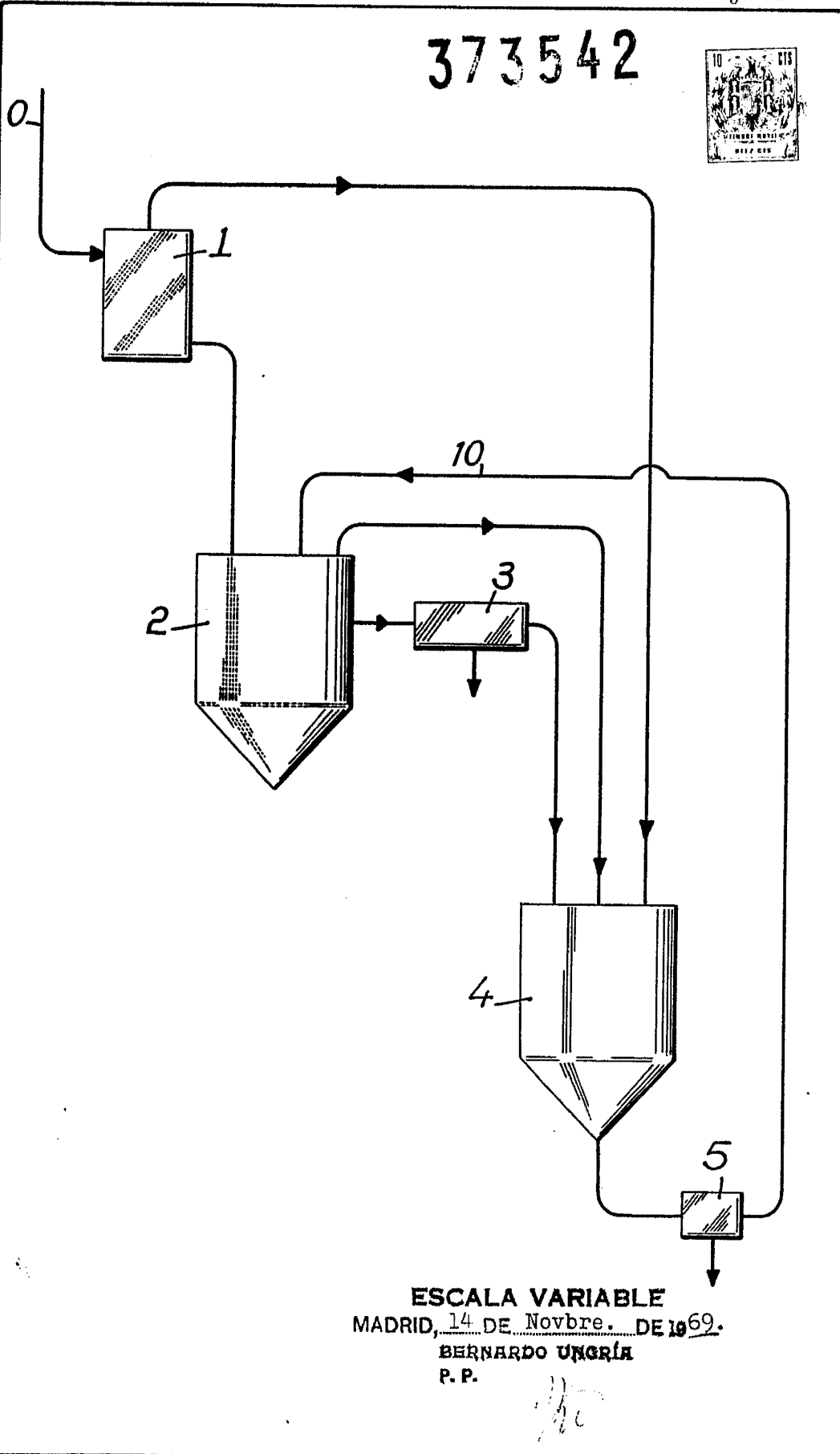
2.- Se reivindica por último como objeto sobre el que ha
de recaer la Patente de Invención que se solicita: "PROCEDIMIENTO
DE ENRIQUECIMIENTO DE MINERALES DE FOSFATOS".

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presen-
te Memoria descriptiva que consta de ocho páginas mecanografiadas
y dibujos adjuntos.

Madrid, 14 de Noviembre de 1969.

BERNARDO UNGRIA
P.P.

373542



ESCALA VARIABLE
MADRID, 14 DE Novbre. DE 1969.
BERNARDO UNGRÍA
P. P.