



374858

Y. COCHINTELLA
FABRICACION
e. 01
BUENOS AIRES

MEMORIA DESCRIPTIVA

DE

UNA PATENTE DE INVENCION, POR VEINTE AÑOS, EN ESPAÑA,
A FAVOR DE PRODUITS CHIMIQUES PECHINEY SAINT-GOBAIN,
DE NACIONALIDAD FRANCESA, RESIDENTE EN 67, BOULEVARD
DU CHÂTEAU (92) NEUILLY-SUR-SEINE (FRANCIA), Y UNION
CHIMIQUE CHEMISCHE BEDRIJVEN, DE NACIONALIDAD BELGA,
RESIDENTE EN CHAUSSÉE DE CHARLEROI, Nº 4, SAINT-GILLES-
LEZ-BRUXELLES (BELGICA).

s o b r e:

"PROCEDIMIENTO DE FABRICACION DE ACIDO FOSFORICO POR
VIA HUMEDA".-

374858



La invención tiene por objeto un procedimiento de fabricación de ácido fosfórico a partir de fosfato natural y de ácido sulfúrico, con formación de yeso como subproducto.

5 El procedimiento está basado en una serie de reacciones que pueden resumirse por la ecuación global:



y la técnica aquí citada proporciona el sulfato cálcico bajo forma de yeso $\text{CaSO}_4, 2 \text{H}_2\text{O}$.

10 Una técnica, según este esquema, aunque antigua, se emplea todavía mucho en la industria. Además los problemas que plantea son bien conocidos. De estos problemas, los principales conciernen a la solubilización del mineral, que debe ser lo más rápida y lo más completa posible, a la
15 búsqueda de una fuerte concentración del ácido obtenido, a las facilidades de filtración y de lavado del yeso, y en fin, a la pureza del yeso.

En lo que se refiere a la solubilización, se sabe que la reacción no es totalmente completa y que el rendimiento global está limitado por las pérdidas de P_2O_5 , que
20 principalmente son de dos clases. Una primera clase corresponde a una fracción del fosfato natural que no es alcanzada por el medio de ataque, bien porque la dimensión de los granos sea demasiado grande, o porque el contacto entre el
25 mineral y el medio de ataque sea imperfecto. Este contacto puede ser imperfecto a causa de una dispersión insuficiente, o cuando el medio de ataque está demasiado concentrado en ácido sulfúrico, a consecuencia del depósito en la superficie de los granos del mineral de sulfato cálcico muy poco
30 soluble en el medio. Las pérdidas de esta clase son atenua

374858



25 DIC. 1988

5 das prolongando la duración del tratamiento, moliendo más finamente el mineral, mejorando los contactos por una dispersión enérgica, escogiendo un medio de ataque poco concentrado de ácido sulfúrico, o eventualmente, humedeciendo previamente el fosfato.

Otra clase de pérdidas de P_2O_5 parece totalmente distinta de la descrita anteriormente. Se admite que es debida a una cristalización simultánea de fosfato y de sulfato bicálcicos. El P_2O_5 arrastrado así con el yeso y por consiguiente perdido, se denomina generalmente " P_2O_5 sincristalizado". Este P_2O_5 sincristalizado, a menudo no despreciable, acarrea una disminución del rendimiento y un aumento del porcentaje en P_2O_5 del yeso residual que es de una calidad impropia a una valorización directa. Se observa que el tanto por ciento de P_2O_5 sincristalizado es habitualmente más pequeño en un medio de ataque que contenga un exceso de ácido sulfúrico, mientras que tal medio conduce normalmente a un aumento del primer tipo de pérdidas de P_2O_5 . Se ha observado, por otra parte, que el tanto por ciento de P_2O_5 sincristalizado es relativamente menos elevado cuando el mineral tratado, pertenece a las categorías reputadas como difícilmente atacables. Por otra parte, las pérdidas debidas al P_2O_5 sincristalizado son menos importantes cuando se provoca una transformación de sulfato de calcio bajo formas cristalinas que presentan diferentes grados de hidratación.

Según un procedimiento conocido, se trata de fabricar ácido fosfórico disminuyendo las pérdidas del primer tipo por utilización de cubas en serie, en las cuales se regula el tanto por ciento de ácido sulfúrico. Ello conduce



374858

en fin a reciclar volúmenes importantes de papilla de ata
que de las últimas cubas hacia las primeras; los caudales
de papillas así transferidos alcanzan comunmente hasta diez
veces y más, el consumo de papilla de ataque que correspon
5 de a las materias primas utilizadas. Tales transferencias
provocan inevitables dificultades tecnológicas.

Los procedimientos de fabricación que aplican una
doble cristalización tienen los inconvenientes causados por
la multiplicación de las instalaciones, la dimensión de al-
10 gunas de ellas, la lentitud de ciertas reacciones, y además,
los inconvenientes inherentes a las temperaturas elevadas
y a las corrosiones que resultan. Aunque estos procedimien
tos conducen generalmente a buenos rendimientos de P_2O_5 y
a una eliminación más completa de las impurezas volátiles,
15 como el fluor, las ventajas que resultan no bastan a menu
do para aceptar los inconvenientes.

En fin, cualquiera que sea el procedimiento utili
zado, es importante obtener el sulfato cálcico bajo una for
ma fácilmente filtrable con el fin de poder utilizar filtros
20 tan pequeños como sea posible, y limitar al máximo las pér
didas que resultan de la filtración y del lavado del sólido.

Es pues, importante en una fabricación industrial
de ácido fosfórico, obtener un rendimiento máximo disminu-
yendo las pérdidas señaladas anteriormente, obtener veloci
25 dades de reacción y de filtración elevadas, y evitar las
complicaciones tecnológicas debidas a las altas temperaturas
y a las repetidas transferencias de importantes volúmenes
de papillas.

La Solicitante ha encontrado un procedimiento que
30 puede ser realizado en continuo, que permite una solubili

374858

23



5 zación del P_2O_5 del mineral, más completa que las de los procedimientos conocidos, siendo el rendimiento global próximo al 99 por ciento, y en el cual el sulfato cálcico es producido bajo una forma de yeso fácil de filtrar y de lavar, y conteniendo poco P_2O_5 y poco fluor, no necesitando el procedimiento la recirculación de volúmenes importantes de papilla.

10 Según el procedimiento, objeto de la invención, se realiza en una primera fase, en el seno de la papilla que ya ha reaccionado, el ataque de la mayor parte del fosfato en condiciones de concentración y de temperatura que conducen a la formación de yeso, por una cantidad de ácido sulfúrico superior a la cantidad necesaria para la reacción; después se transfieren a una segunda fase reaccional que contiene la papilla que ya ha reaccionado una parte al menos de los productos de la reacción de la primera fase, y se introduce allí una cantidad suplementaria de fosfato; esta cantidad suplementaria reacciona con formación de yeso, y se separa el ácido fosfórico producido.

20 Se realizan ventajosamente cada una de las dos etapas reaccionales en una sola cuba, sin divisiones, en la cual las materias introducidas son dispersadas rápidamente y de una forma homogénea por medio de dispositivos de agitación, de manera que se mantenga en el medio reaccional un porcentaje de iones SO_4^{--} en solución, comprendido entre 30 y 120 gramos por litro en la primera fase reaccional y de 10 a 30 gramos por litro en la segunda. El porcentaje de iones SO_4^{--} en solución en la primera fase reaccional es escogido especialmente según la procedencia de los fosfatos naturales, siendo este porcentaje

25

30

374858

23 DIC



tanto mayor, cuanto más rápidamente atacable es el fosfato. Está comprendido generalmente, en el procedimiento, entre 50 y 90 gramos/litro.

5 Se mantiene preferentemente la temperatura de la primera fase reaccional entre 80 y 60 grados centígrados, y la de la segunda fase reaccional entre 75 y 50 grados centígrados.

10 Se reenvían a la primera cuba los líquidos de lavado del yeso así como eventualmente una parte del ácido fosfórico fuerte separado, de manera que se mantengan en las cubas de ataque las condiciones de fluidez necesarias para obtener una agitación eficaz.

15 Tales condiciones son especialmente realizadas de forma satisfactoria cuando el medio reaccional está bajo forma de una papilla cuyo porcentaje en materia sólida es del orden del 35 por ciento.

20 Según una primera variante de realización de la invención, se transfieren en continuo a la segunda fase reaccional la totalidad de los productos de la reacción que salen de la primera fase; se separa y se lava el yeso y los compuestos insolubles después de la reacción en la segunda fase, y se reenvían a la primera fase los líquidos de lavado y una parte del ácido fosfórico producido.

25 Aunque se haya comprobado que las condiciones operativas en la segunda fase son un poco menos favorables que las de la primera fase en lo que se refiere al P_2O_5 sin cristalizado en el yeso, y por consiguiente perdido, se ha observado sin embargo, que era inútil separar el yeso formado en el curso de la primera fase reaccional antes de transferir la papilla a la segunda fase reaccional, conservándose

30

374858



el rendimiento de solubilización de la primera fase.

Se tiene así la posibilidad de no filtrar separadamente los yesos formados en el curso de las dos fases reaccionales, y esto sin perjudicar el rendimiento de solubilización del P_2O_5 .

Sin embargo, puede ser ventajoso, en particular si se desea fabricar ácido fosfórico, particularmente pobre en ácido sulfúrico, seguir una segunda variante de realización de la invención. Según esta variante, se filtra y se lava el yeso formado después de la primera fase, y se transfiere en su totalidad o en parte el filtrado a la segunda fase con el complemento de fosfato, después se separa el ácido así producido. El yeso separado después de la segunda fase puede ser objeto de diversos tratamientos: se puede lavar, quitarle y enviar a la primera fase las aguas de lavado; se puede también, más sencillamente, enviar a la primera fase del yeso separado sin lavarle; es igualmente posible, lo que permite mejorar aún el rendimiento global del ataque, someter el yeso no lavado que proviene de la segunda separación a un tratamiento suplementario. Se trata, en este caso, el yeso separado en una zona de reacción intermedia, por una mezcla de ácido fosfórico débil reciclado y del ácido sulfúrico que debe alimentar la primera fase reaccional. Se regula el porcentaje de iones SO_4^{--} , en P_2O_5 y la temperatura de la mezcla de modo que se deshidrate parcialmente el yeso y se libere la mayor parte del P_2O_5 sincristalizado, formado en la segunda fase reaccional. Es particularmente ventajoso utilizar una solución acuosa que contenga de 5 a 25 por ciento de P_2O_5 y de 200 a 500 gramos/litro de H_2SO_4 . Se envía a continuación a la primera cuba la papilla resultante del tratamiento precedente

374858



sin que sea indispensable separar las materias sólidas.

5 Cuando el sulfato cálcico formado en la segunda fase reaccional, es enviado a la primera fase, con o sin deshidratación intermedia, se tiene todavía la posibilidad de reducir la duración de permanencia en la segunda fase. La reacción que conduce a la solubilización del fosfato y a la precipitación del sulfato cálcico es concluida entonces en la primera fase.

10 Según el tipo de fosfato utilizado y las condiciones operatorias, principalmente, la temperatura y la concentración de los medios de ataque, se pueden obtener, gracias al procedimiento de la invención, ácidos fosfóricos cuya concentración de P_2O_5 puede alcanzar y aún sobrepasar el 36 por ciento.

15 En las condiciones económicas de realización de la invención, se obtiene corrientemente un producto que contiene 33 por ciento de P_2O_5 y cuyo porcentaje en iones SO_4^{--} puede ser determinado, de antemano, especialmente entre 8 y 100 gramos/litro. El yeso obtenido está bien cristalizado, lo que permite filtrarle y lavarle fácilmente. Su porcentaje en P_2O_5 es
20 generalmente inferior al 0,3 por ciento.

El rendimiento global es del orden del 99 por ciento.

El procedimiento presenta la ventaja de suministrar rendimientos de este orden con diferentes clases de fosfatos.
25 Es particularmente ventajoso en el caso de fosfatos considerados fácilmente atacables, que, tratados por los procedimientos convencionales, suministran generalmente rendimientos notablemente menos elevados. Aquí los rendimientos del orden del 99 por ciento son obtenidos sin perjuicio de las otras propiedades
30 ventajas de estos fosfatos, en particular de la velocidad

374858



de ataque. El procedimiento es todavía aplicado con ventaja a los fosfatos menos reactivos que suministran entonces un yeso particularmente puro.

5 Otra ventaja está constituida por la flexibilidad del procedimiento en lo que se refiere al porcentaje en sulfúrico del ácido fabricado. En efecto, un ácido fosfórico de un tanto por ciento elevado de ácido sulfúrico, es utilizado ventajosamente en ciertas aplicaciones, tales como la fabricación de abonos como superfosfatos enriquecidos, los superfosfatos de amoníaco, la fabricación de los complejos de ataque sulfo-fosfo-nítricos, así como para la extracción del ácido fosfórico por los disolventes orgánicos. Tal ácido podrá ser separado muy fácilmente a la salida de la primera fase reaccional.

10 Un ácido cuyo porcentaje en sulfúrico es reducido, será empleado directamente, en particular en la fabricación de fosfatos alcalinos, o también podrá ser la materia prima base para la preparación de abonos fosfatados de concentraciones elevadas. Tal ácido será suministrado por la segunda fase reaccional. Además, el tanto por ciento exacto, deseable, en ácido sulfúrico de este ácido podrá ser adaptado según las necesidades de las aplicaciones, y esto por la regulación de las condiciones operatorias de la segunda cuba.

15 El yeso, subproducto, no contiene más que una muy pequeña cantidad de P_2O_5 , generalmente del orden de 0,25 por ciento. Este pequeño porcentaje permite en numerosos casos una valorización del yeso separado sin tratamiento de purificación costoso. Esta ventaja es debida al rendimiento de solubilización particularmente elevado en la primera zona reaccional, a las pérdidas muy pequeñas en la segunda zona, y a las

374858

23



buenas condiciones de lavado que reducen las pérdidas del lavado a un nivel muy bajo.

5 La instalación está constituida por los aparatos conocidos. Las condiciones exigidas para la buena marcha de las etapas reaccionales del procedimiento, están reunidas especialmente en una cuba descrita en la patente francesa número 1.125.849; depositada en España con el número 229.012.

10 Con objeto de ilustrar la invención, sin limitar por ello su alcance, se dan a continuación tres ejemplos de puesta en práctica del procedimiento.

EJEMPLO I

15 Se introduce en continuo en una cuba provista de dispositivos de agitación, 100 partes a la hora de fosfato de Marruecos 75 molido, cuya granulometría está expresada por el porcentaje de partículas que pasan al tamiz 0,08 milímetros al mismo tiempo que de 95 a 112 partes de ácido sulfúrico de 93 por ciento de H_2SO_4 , premezclado con ácido fosfórico diluido que proviene del filtro. Se mantiene la temperatura de la cuba a 70 grados centígrados. El medio reaccional está constituido por una papilla que contiene alrededor del 36 por ciento de sólidos. Se transfiere en continuo una parte de la papilla a una segunda cuba, que recibe por otra parte una cantidad complementaria del mismo fosfato con el mismo grado de molienda. Se transfiere en continuo la papilla sobre un filtro de lavados múltiples. Se recoge el ácido fosfórico fuerte. Se lava la torta de yeso y se reciclan a la primera cuba los líquidos de lavado y una parte del ácido fosfórico producido. El yeso obtenido se lava fácilmente y se determina por análisis su porcentaje en P_2O_5 . Se obtiene, gracias a estos datos el rendimiento global.

20

25

30

374858



5 Se hacen tres series de ensayos, con los grados de molienda diferentes. El 72 por ciento de las partículas pasan al tamíz 0,08 milímetros en una primera serie, el 52 por ciento en una segunda y el 30 por ciento en una tercera.

10 Primera serie, ensayos números 1, 2 y 3; en el ensayo número 1 se trata el fosfato molido al 72 por ciento en una primera cuba que contiene papilla cuya fase líquida contiene 75 gramos/litro de H_2SO_4 , 33,5 por ciento de P_2O_5 , y a la temperatura de 70 grados centígrados durante 5 horas 40 minutos; se transfieren los productos de la reacción a una segunda cuba que contiene papilla cuya fase líquida contiene 25 gramos/litro de H_2SO_4 , y donde la duración media de permanencia es de 1 hora 10.

15 El rendimiento global es del 99,1 por ciento.

20 Número 2.- Se opera con las mismas proporciones de sulfúrico que en el ensayo número 1, pero se reducen las duraciones medias de permanencia en las dos cubas hasta 3 horas 35 minutos y 0 horas 40 minutos respectivamente, y se comprueba que el rendimiento global es todavía de 98,55 por ciento.

25 Número 3.- Se opera en las mismas condiciones que en 2, pero con una proporción de sulfúrico de 100 gramos/litro y una temperatura de 60 grados centígrados en la primera cuba, y se llega a un rendimiento global de 98,65 por ciento.

30 Número 4.- Se opera en las mismas condiciones que en el ensayo 2, pero con una proporción de sulfúrico en la primera cuba de 50 gramos/litro, y una temperatura de 75 grados centígrados, se obtiene un rendimiento total de 98,15 por

374858

23



ciento.

5 En una segunda serie de ensayos, ensayos N^{os} 5, 6, 7, se trata fosfato cuyo grado de molienda, expresado como precedentemente, es 52 por ciento. La primera fase de tratamiento es efectuada en una cuba donde la proporción de sulfúrico de la fase líquida es de 75 gramos/litro y la temperatura 70 grados centígrados.

10 En el ensayo número 5, las duraciones medias de permanencia son respectivamente 5 horas 40 y 1 hora 10, y el rendimiento 98,9 por ciento.

El porcentaje en sulfúrico del ácido producido en la segunda cuba es de 25 gramos/litro.

15 En el ensayo número 6, para las mismas duraciones de permanencia, se produce un ácido que contiene 15 gramos de sulfúrico por litro, con un rendimiento del 98,7 por ciento.

En el ensayo número 7, las duraciones medias de permanencia son respectivamente 3 horas 40 y 0 horas 40, y el ácido producido en la segunda cuba contiene 25 gramos/litro de H₂SO₄. El rendimiento es del 98,4 por ciento.

20 En una tercera serie de ensayos, ensayos N^{os} 8, 9 y 10, se trata el mismo fosfato cuyo grado de molienda es tal que el 30 por ciento de las partículas pasan al tamiz 0,08.

25 En el ensayo número 8, las duraciones medias de permanencia en las dos cubas son respectivamente 5 horas 40 y 1 hora 10, el porcentaje de sulfúrico en la fase líquida de la primera cuba es de 75 gramos por litro, y el rendimiento obtenido es del 98,7 por ciento.

30 En el ensayo número 9, se regula el porcentaje de sulfúrico de la primera cuba a 50 gramos/litro, para dura

374658



ciones de permanencia iguales a las precedentes, y se obtiene un rendimiento de 98,4 por ciento.

5 En el ensayo número 10, la primera cuba contiene 50 gramos de sulfúrico por litro de líquido, las duraciones de permanencia respectivas son 3 horas 40 y 40 minutos, y el rendimiento alcanza el 97,9 por ciento.

10 Es interesante comparar los ensayos N^{os} 1, 5 y 8 en los cuales se opera con duraciones de permanencia iguales en las dos cubas, respectivamente 5 horas 40 y 1 hora 10 y un porcentaje en sulfúrico de 75 gramos/litro en la primera cuba. Se comprueba que los grados de molienda más o menos prolongadas, respectivamente 30 (número 8), 52 (número 5) y 72 por ciento (número 1) conducen a los rendimientos respectivos del 98,7; 98,9 y 99,1. La influencia de una molienda pro-
15 longada es pues favorable, en particular para pequeñas duraciones de permanencia.

20 Se compara el resultado del ensayo número 3 anterior con los que se dan para una realización según un procedimiento conocido, en una sola cuba, con un mismo fosfato, al grado de molienda del 72 por ciento (ensayo número 11). Se obtiene después de una permanencia de 4 horas en un medio reac-
ccional cuya fase líquida contiene 25-28 gramos por litro de ácido sulfúrico, un rendimiento del 97,5 por ciento. El procedimiento de la presente invención presenta pues, la ven-
25 taja de dar un rendimiento sensiblemente superior (98,65 por ciento en lugar del 97,5 por ciento) con una duración de permanencia del mismo orden en la primera cuba. Esta me-
jora del rendimiento es todavía conservada en gran parte cuando se utiliza un fosfato al 30 por ciento solamente en lugar
30 del 72 por ciento, lo que representa una economía apreciable.

374858



EJEMPLO II

Se introducen en continuo 100 partes por hora de fosfato de Marruecos 75, molido a un grado tal que el 72 por ciento de los granos pasen al tamíz 0,08 milímetros, en una cuba provista de dispositivos de agitación y del mismo tipo que la que se ha utilizado en los ensayos precedentes, y que contiene papilla que ya ha reaccionado. Se introducen, por otra parte, 106 partes de H_2SO_4 de 93 por ciento de H_2SO_4 , premezclado con ácido fosfórico diluido reciclado del filtro.

Después de un tiempo medio de permanencia de 6 horas a 70 grados centígrados, se trasvasa en continuo la papilla reaccional que contiene alrededor del 35 por ciento de materia sólida, y 75 gramos por litro de H_2SO_4 y 30 por ciento de P_2O_5 en la fase líquida, y se la envía sobre un filtro continuo bajo vacío de lavados múltiples.

Se continua el ensayo enviando el filtrado del filtro bajo vacío a una segunda cuba, que recibe por otra parte el mismo fosfato de Marruecos que la primera cuba. La papilla reaccional que contiene 33-34 por ciento de P_2O_5 y 25 gramos/litro de H_2SO_4 , después de un tiempo medio de permanencia de 4 horas es enviada a un dispositivo de separación donde se recoge el ácido producido, mientras que los sólidos separados son enviados a la primera fase. Se puede realizar la separación por filtración; no es necesario lavar el precipitado que se recicla a la primera cuba. Es posible todavía evitar completamente la segunda filtración y reemplazarla por una decantación. Se reenvía entonces a la primera fase una papilla espesa.

El rendimiento global de solubilización del P_2O_5 alcanza el 98,9 por ciento.

374858



EJEMPLO III

Se opera el tratamiento en la primera cuba y la fil
tración de los productos de la reacción en condiciones idénti
cas a las del ejemplo precedente, se envía el filtrado a una
5 segunda cuba que recibe, por otra parte, el mismo fosfato de
Marruecos que la primera cuba, en cantidad tal que la papilla
reaccional contiene 10 gramos de ácido sulfúrico por litro de
líquido.

Se separa el yeso formado.

10 En un primer ensayo se envía el yeso directamente a
la primera cuba, el rendimiento global es del 98,6 por ciento.

En un segundo ensayo se envía el yeso a un mezclador
dispuesto por encima de la primera cuba donde se le trata
por una mezcla de ácido sulfúrico al 93 por ciento, H_2SO_4
15 que alimenta la primera cuba y el ácido fosfórico reciclado.
La mezcla de ácidos contiene alrededor del 15 por ciento de
 P_2O_5 y 400 gramos por litro de H_2SO_4 , la temperatura es de
80 grados centígrados. Al cabo de algunos minutos el yeso es
deshidratado y recristalizado, liberando la mayor parte del
20 P_2O_5 sincristalizado.

El rendimiento global del conjunto de las operaciones
es del 99 por ciento.

N O T A

En resumen esta patente de invención se contrae a
25 las siguientes reivindicaciones:

1a.- "Procedimiento de fabricación de ácido fosfórico por
via húmeda", caracterizado porque en una primera fase,
partiendo de fosfato natural y de ácido sulfúrico y en el
seno de la papilla que ya ha reaccionado, se realiza el a-
30 taque de la mayor parte del fosfato en condiciones de concen

374858 230



tración y de temperatura que conducen a la formación de yeso, por una cantidad de ácido sulfúrico superior a la cantidad necesaria para la reacción; se transfieren a una segunda fase reaccional que contiene la papilla que ya ha reaccionado una parte al menos de los resultados de la reacción de la primera fase y se introduce allí una cantidad suplementaria de fosfato y esta cantidad suplementaria reacciona con formación de yeso, y se separa el ácido fosfórico producido.

2a.- "Procedimiento de fabricación de ácido fosfórico por vía húmeda", caracterizado porque:

- a) Se realizan cada una de las dos fases reaccionales en una sola cuba sin divisiones en la cual las materias introducidas son dispersadas rápidamente y de una forma homogénea por medio de dispositivos de agitación, de manera que se mantenga en el medio reaccional un porcentaje de iones SO_4^{--} en solución comprendida entre 30 y 120 gramos por litro en la primera cuba y de 10 a 30 gramos por litro en la segunda cuba.
- b) Se escoge el porcentaje de iones SO_4^{--} en solución en la primera fase reaccional, según la procedencia de los fosfatos naturales, siendo este porcentaje tanto mayor, cuanto más rápidamente atacable es el fosfato, y generalmente comprendido entre 50 y 90 gramos por litro.
- c) Se mantiene la temperatura de la primera fase reaccional entre 80 grados centígrados y 60 grados centígrados, y la de la segunda fase reaccional entre 75 grados centígrados y 50 grados centígrados.
- d) Se reenvían a la primera cuba los líquidos de la-

374858 23



vado del yeso y una parte del ácido fosfórico fuerte separado de manera que se mantengan en las cubas de ataque las condiciones de fluidez necesarias para obtener una agitación eficaz.

5 3a.- "Procedimiento de fabricación de ácido fosfórico por
 via húmeda", caracterizado porque se transfieren en
 continuo a la segunda fase reaccional la totalidad de los
 resultados de la reacción que salen de la primera fase reac
 cional; se separa y se lava el yeso y los compuestos insolu
10 bles después de la reacción en la segunda fase y se reenvían
 a la primera fase los líquidos de lavado y una parte del áci-
 do fosfórico producido.

 4a.- "Procedimiento de fabricación de ácido fosfórico por
 via húmeda", caracterizado porque se filtra y se lava
15 el yeso formado después de la primera fase, y se transfiere
 en su totalidad o en parte el filtrado a la segunda fase en
 la cual se introduce también el complemento de fosfato, rea-
 lizándose la continuación del tratamiento según uno de los
 modos citados a continuación con caracter no limitativo:

- 20 a) Se separa el ácido así producido, se lava el yeso
 y se reenvían a la primera fase las aguas de lavado.
 b) Se separa el ácido así producido sin lavar el yeso
 separado y se envía el yeso a la primera fase.
 c) Se separa el ácido así producido sin lavar el yeso
25 separado, se somete el yeso que proviene de la segunda
 separación a un tratamiento suplementario en el cual
 el yeso es tratado en una zona de reacción intermedia
 por una mezcla de ácido fosfórico débil reciclado y
 de ácido sulfúrico que debe alimentar la primera fase
30 reaccional, el yeso es deshidratado, y los productos

374858 23



de la reacción son enviados a la primera cuba.

5a.- "PROCEDIMIENTO DE FABRICACION DE ACIDO FOSFORICO POR
VIA HUMEDA", según queda descrito y reivindicado en
la precedente memoria y nota reivindicatoria que consta de
18 páginas mecanografiadas.

Madrid,

23 DIC 1968

PRODUITS CHIMIQUES PECHINEY SAINT-GOBAIN Y
U. C. B. (UNION CHIMIQUE CHEMISCHE BREDRIJVEN.