

384100

384100



384100

REPUBLICA DE COLOMBIA
SECRETARIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
BOGOTA
CLASIFICACION
CLAS. 001
SUBCLAS. B

MEMORIA DESCRIPTIVA

DE

UNA PATENTE DE INVENCION, POR VEINTE AÑOS, EN ESPAÑA
A FAVOR DE PRODUITS CHIMIQUES PECHINEY-SAINTE-GOBAIN
DE NACIONALIDAD FRANCESA, RESIDENTE EN NEUILLY-SUR-
SEINE (FRANCIA), 67 BOULEVARD DU CHATEAU.

sobre:

"PERFECCIONAMIENTOS EN LA FABRICACION DE ACIDO FOS-
FORICO POR VIA HUMEDA Y DE SULFATO DE CALCIO".

384100

29 SEP



5 La invención se refiere a la fabricación de ácido fosfórico por vía húmeda, por ataque del fosfato de calcio por ácido sulfúrico y precipitación de sulfato de calcio en varias formas cristalinas, diferentes, sucesivas, con miras a mejorar el porcentaje de recuperación del P_2O_5 del fosfato.

10 Se sabe que en la fabricación del ácido fosfórico por ataque sulfúrico, el rendimiento total resulta de los rendimientos de ataque del fosfato de calcio, de la extracción del P_2O_5 cristalizado bajo forma de fosfato bicálcico al mismo tiempo que el sulfato de calcio dihidratado, y generalmente llamado "sincristalizado", así como de los rendimientos de filtración y de lavado del sólido obtenido.

15 Se sabe que, incluso cuando se alcanzan muy buenos rendimientos de ataque, de filtración y de lavado, el rendimiento total está sin embargo limitado por la formación de P_2O_5 sincristalizado.

20 Se sabe que el sincristalizado se libera cuando se provoca una transformación del sulfato de calcio en una forma cristalina que presenta un estado de hidratación diferente. Se puede, en teoría, transformar el dihidrato de sulfato de calcio o yeso, cristalizado en el sistema monoclinico, en hemihidrato triclinico o en anhidrita romboédrica, el hemihidrato bien en dihidrato o bien en anhidrita, la anhidrita
25 en hemihidrato o en yeso, a condición en este último caso, de tratar la variedad inestable de anhidrita. Estas diversas transformaciones no se efectúan más que en condiciones físico-químicas muy precisas y que no deben permitir que el fosfato bicálcico se modifique; se evita las más de las veces
30 esta formación, operando en un medio donde la proporción de

384100



iones SO_4 es elevada.

Entre los procedimientos industriales, se ha propuesto en particular, en la patente francesa 1.344.871, atacar el fosfato en condiciones que conduzcan al hemihidrato, y recristalizar este hemihidrato en yeso por una hidratación en el seno del medio reaccional. Las recristalizaciones son muy lentas en los procedimientos de este tipo, lo que obliga a utilizar reactores de gran volumen.

También se ha propuesto, en particular en la patente francesa 1.491.767, producir el hemihidrato en el ataque, y filtrar el ácido fuerte que constituye la producción, Se tropieza entonces con dificultades de filtración y sobre todo del lavado del hemihidrato, cuya inestabilidad es conocida. Para evitar taponamientos y formaciones en bloque, hay que esforzarse en conservar la forma cristalina del sólido en el filtro tomando una serie de precauciones: lavado con una primera solución, de composición y temperatura tales que se conserve la forma de hemihidrato inestable, transferencia, remisión en suspensión del sólido a un reactor, transferencia a otro reactor en el que se provoca el cambio de forma cristalina por una segunda solución. Es precisa, todavía, una segunda filtración y una segunda serie de lavados.

A la inversa, se ha propuesto también, en particular en la patente francesa 1.485.940, provocar, en el ataque, la formación de yeso, y transformarlo después en hemihidrato. Se realiza esta transformación agregando a la papilla reaccional un líquido deshidratante y caliente que contenga un exceso de ácido sulfúrico, agitando y calentando energicamente; el exceso de ácido sulfúrico se vuelve a encontrar en el ácido fosfórico producido, así como una parte del agua de

384100

29



5 cristalización del yeso, de manera que tal ácido es impropio para la mayor parte de las utilizaciones. También, en una variante, se ha propuesto separar la mayor parte del ácido fosfórico, producido a partir de la papilla de ataque, en yeso, y tratar, por los mismos medios que precedentemente, una papilla espesa.

10 En cualquier caso, no se llegan a reunir todas las condiciones requeridas para obtener una buena extracción del P_2O_5 del fosfato, una concentración y una pureza del ácido fosfórico satisfactorias, en un procedimiento que lleva dos cristalizaciones sucesivas de sulfato de calcio, más que con un aparato que tenga al menos dos zonas de reacción y dos zonas de separación.

15 La Solicitante ha encontrado que era posible realizar un cambio del estado de hidratación del sulfato de calcio, con un aparato que no tiene más que una zona de reacción y una zona de separación.

20 Según el procedimiento de la invención se solubiliza en una zona de ataque el fosfato de calcio por ácido sulfúrico o una mezcla de ácido sulfúrico y fosfórico; se separa el ácido fosfórico producido del sulfato de calcio sólido por medio de un dispositivo de separación conveniente; se pone en contacto dicho sulfato de calcio, en el dispositivo de separación, con una solución de tratamiento capaz de provocar un cambio del estado de hidratación; se separa y se lava el sulfato de calcio que presenta un grado de hidratación diferente. La solución de tratamiento, generalmente acuosa, contiene ácido sulfúrico.

30 El procedimiento es preferentemente realizado en continuo, y la solución de tratamiento contiene ácido sulfú-

384100

29 SEP



rico suministrado por una parte al menos del ácido sulfúrico necesario para el ataque, y del ácido fosfórico del reciclado de una de las fases de lavado metódicas del sulfato de calcio después de su transformación, se reenvía a la zona de ataque la solución de tratamiento así como los líquidos del lavado metódico.

Se escogen las temperaturas, los tiempos de contacto así como las concentraciones respectivas de ácido fosfórico y de ácido sulfúrico, de la solución de tratamiento, según la modificación del estado de hidratación que se desee realizar. Se escoge generalmente la temperatura de la solución de tratamiento entre 20° C y la temperatura de ebullición. Los tiempos de contacto son tanto más pequeños cuanto mayores son la temperatura y las concentraciones.

Se utiliza ventajosamente para realizar la transformación del hemihidrato en yeso, o también la de la anhidrita inestable en hemihidrato y/o en yeso, una solución de tratamiento que contiene de 5 al 25% de ácido sulfúrico y de 0 al 20% de ácido fosfórico expresado en P_2O_5 , a una temperatura comprendida entre 20 y 100° C, preferentemente 70° C.

Del mismo modo se realiza ventajosamente la transformación del hemihidrato y/o del dihidrato en anhidrita utilizando una solución acuosa que contenga de 98 a 50% de SO_4H_2 y de 0 a 35% de P_2O_5 , a una temperatura comprendida entre 20° C. y la temperatura de ebullición, preferentemente 80° C.

Se realiza también, ventajosamente, la transformación del yeso en hemihidrato utilizando una solución acuosa que contenga de 80 a 25% de SO_4H_2 y de 0 a 30% de P_2O_5 , a una temperatura comprendida entre 20 y 100° C, preferentemente

384100

29



te de 60 a 70º C.

El modo de puesta en contacto de la solución que se trata con el sulfato de calcio puede variar según la naturaleza de la modificación del estado de hidratación que se desee realizar.

5

Según una primera variante de realización del procedimiento de la invención, se efectúa la transformación del hemihidrato en yeso, por puesta en contacto con una solución de tratamiento del hemihidrato que resulta de la etapa de ataque del fosfato en un dispositivo de separación. Se escoge preferentemente un dispositivo de separación capaz de lavar, tal como una decantadora, o también una secadora, en particular una secadora centrífuga, que lleva o no órganos de malaxado del sólido, tal como un husillo incorporado.

10

15

Según otra variante de realización del procedimiento de la invención, se efectúa la transformación del hemihidrato en anhídrita, o también la transformación del yeso en hemihidrato y/o en anhídrita, por puesta en contacto con una solución de tratamiento, en un dispositivo de separación capaz de lavar, que puede ser especialmente un dispositivo de filtración, decantación, secado centrífugo.

20

25

Según una variante que representa un modo de realización particularmente ventajoso del procedimiento de la invención, se realiza la transformación del yeso en hemihidrato sobre un filtro horizontal, en particular un filtro continuo bajo vacío, de lavados múltiples.

30

En todos los casos, siendo reenviada la solución de tratamiento hacia la zona de ataque después de la puesta en contacto, el ácido fosfórico, solubilizado en el momento de la modificación del estado de hidratación del sulfato de cal

384100 29 SEP



cio, se reúne en la zona de ataque con el ácido fosfórico solubilizado en el momento del ataque.

El sólido sufre a continuación los lavados metódicos habituales.

5 Se comprueba que el cambio de estado de hidratación es rápido; se realiza generalmente en el tiempo necesario para el paso de la solución de tratamiento a través del sólido.

10 Es posible hacer pasar varias veces la solución de tratamiento a través del sólido, en este caso se puede ajustar su temperatura así como su concentración en cada paso, en especial por aportación de ácido sulfúrico en el caso de una transformación deshidratante, o de agua en el caso de una transformación hidratante.

15 Se regula la duración de contacto según las necesidades. Se puede en particular prolongar el contacto disminuyendo o suprimiendo temporalmente el vacío en un filtro bajo vacío. Por otra parte es posible modificar la velocidad de transformación y la calidad de la filtración introduciendo
20 en la papilla que alimenta el dispositivo de separación, una pequeña cantidad de cristales de sulfato de calcio que presentan el grado de hidratación que se desee obtener. Estos cristales, en cantidad generalmente inferior al 10% del sólido de la papilla, pueden ser extraídos del sulfato de calcio ya tratado, o ser preparados aparte.
25

30 Se ha comprobado además, en el caso en que se trate sulfato de calcio en estado de "torta", sobre un filtro plano y horizontal, que la modificación del estado de hidratación se efectúa sin degradar sensiblemente la calidad de la filtración, que depende en particular de la estructura y de la

384100

29



porosidad de la torta. A pesar de una cristalización menos favorable, particularmente en el caso de la deshidratación del sulfato de calcio, la torta conserva una buena porosidad. No se observa, en efecto, en este caso más que un aplas-
5 tamiento parcial y que no interviene más que progresivamente en el curso de los lavados metódicos.

Otra ventaja presentada por el procedimiento en el caso de la deshidratación del yeso en hemihidrato, según un modo preferente de realización del procedimiento de la in-
10 vención, es que se puede obtener un ácido más concentrado en P_2O_5 que en el procedimiento clásico "en yeso". En efecto, se sabe que en la fabricación de ácido concentrado, la calidad de los cristales de yeso se vuelve mediocre cuando la concentración del ácido aumenta, y que la separación y
15 el lavado de tales cristales son difíciles para un ácido de fuerte concentración. El procedimiento de la invención se aplica en este caso al tratamiento de una torta de yeso bastante voluminosa que es deshidratada sin dificultad y se vuelve apta para la separación y el lavado. Por otra parte,
20 en el caso de la fabricación de ácido fosfórico por ataque del fosfato en las condiciones de formación del hemihidrato, la utilización del procedimiento de la invención permite producir directamente un ácido de una concentración superior al 50%.

25 Por otra parte, cualquiera que sea la transformación elegida, el lavado del sólido se realiza con el mínimo de pérdidas. Las pérdidas por el lavado en los procedimientos clásicos, están constituidas por el ácido fosfórico que queda entre los cristales y no son recuperables más que por
30 un lavado metódico con agua. Aquí, el ácido sulfúrico de la

384100

29 SEP



solución de tratamiento participa en el arrastre de este ácido fosfórico. Además, en el caso en que el procedimiento de la invención realiza una modificación deshidratante, en especial, según un modo preferente, la deshidratación del yeso sobre un filtro, el agua de cristalización se libera, y facilita el arrastre del ácido fosfórico. Es también posible no deshidratar la totalidad de la torta. Se ha observado, en efecto, que el hecho de dejar una capa inferior delgada de dihidrato, forma un lecho filtrante estable que evita la incrustación de las telas filtrantes y de los circuitos del filtro. Se obtiene el control de esta capa regulando el caudal, la temperatura, y las concentraciones de la solución de tratamiento. El procedimiento de la invención ofrece pues, bajo este aspecto, una posibilidad ventajosa para el control de la fracción del sólido que puede ser tratada.

El procedimiento de la invención puede ser aplicado en cualquier aparato clásico de fabricación de ácido fosfórico, y que tenga una zona de reacción para el ataque del fosfato y una zona de separación del sólido. La zona de ataque puede ser ventajosamente una cuba única sin compartimientos. La separación del sólido puede realizarse por cualquier medio conocido, en particular, decantador, escurridor centrífugo, filtro de cualquier tipo, especialmente un filtro continuo bajo vacío.

El dibujo anejo ilustra a título de ejemplo no limitativo, un modo de realización del procedimiento de la invención.

En este dibujo, 1 representa el desarrollo de la caja de vacío de un filtro continuo bajo vacío, esta caja está

384100

29 SEP



dividida en sectores la, lb, lc, ld, le, lf, destinados a recoger los diversos filtrados. Cada uno de estos filtrados circula por medio de bombas que no están representadas. La papilla que proviene del reactor de ataque del fosfato, llega por 2 sobre el filtro, y la torta de sulfato de calcio se forma en 3, y se encuentra arrastrada de izquierda a derecha. El ácido fosfórico fuerte se vierte de la, la parte correspondiente a la producción se envía al almacenamiento por el conducto 4, el exceso es reciclado a la cuba de ataque por el conducto 5. El ácido sulfúrico llega por 6 a un recipiente mezclador 7, donde puede diluirse por el ácido muy débil que llega del filtro, por 8, por agua que llega por 9, por el ácido medio que llega por 10, o por una mezcla de estos líquidos, y preferentemente por el ácido muy débil que llega por 8. La cantidad y la dosificación de la solución de tratamiento están reguladas por los caudales respectivos de estos diferentes fluidos. Se regula la temperatura del mezclador 7 por cualquier medio conocido, de preferencia se elimina por evaporación el excedente de calorías que provienen de la dilución del ácido sulfúrico concentrado. La solución de tratamiento llega en 11 sobre la torta de sulfato de calcio. El filtrado que resulta, recogido en lb, se envía en parte a la cuba de ataque por el conducto 12, y en parte sobre el filtro por el conducto 13. Se puede agregar a este filtrado, ácido sulfúrico por el conducto 14; ácido fosfórico muy débil, por el conducto 15; agua por el conducto 16. Los conductos 17 y 18 permiten la comunicación del líquido llevado a 13 con la solución de tratamiento inicial preparada en 7. El filtrado recogido en el sector lc es reenviado a la zona de ataque por 19. El agua es introducida por el conduc-

384100



to 20 y el filtrado recogido, compuesto de ácido muy débil, en el sector 1f, se lleva por el conducto 21 a una fase anterior de lavado de la torta, una parte de este filtrado puede ser extraída por 8, para la dilución de la solución de tratamiento. El filtrado resultante del lavado por el ácido muy débil es recogido en 1e, se denomina ácido débil, y es reenviado por el conducto 22 a una fase anterior del lavado. El filtrado recogido en 1d, denominado ácido medio, se envía por el conducto 23 al recipiente mezclador 24 donde se reunen con los distintos efluentes que son reciclados a la cuba de ataque. Una parte del ácido medio puede ser reenviada al recipiente mezclador 7 por el conducto 10. Al final de la operación el sulfato de calcio tratado y lavado se evapora por 25.

Se obtiene haciendo uso de la invención, un ácido fosfórico concentrado en P_2O_5 , y no cargado de ácido sulfúrico. Se alcanza un rendimiento que es generalmente del orden del 99% y a menudo superior al 99%. El sulfato de calcio obtenido a título de subproducto es puro, su porcentaje de P_2O_5 , casi siempre inferior al 0,2%, permite la valorización. Además, el procedimiento de la invención permite escoger la forma cristalina más apreciada, bien sea yeso, bien hemihidrato, bien anhidrita. Por la elección de la solución de tratamiento en composición, temperatura, caudal, y por el escogido del modo de utilización, el procedimiento puede incluirse en una fabricación de ácido fosfórico por uno cualquiera de los métodos conocidos y mejorar notablemente el rendimiento.

El procedimiento presenta también sobre los métodos conocidos la ventaja de permitir la mezcla del ácido fosfórico débil con el ácido sulfúrico concentrado fuera de la zo

384100



na de reacción. En efecto, en el procedimiento, la mezcla se efectúa en el momento de la preparación de la solución de tratamiento y las calorías desprendidas por la dilución del ácido sulfúrico, por una parte contribuyen a concentrar el ácido fosfórico, lo que es favorable a la economía del procedimiento, y por otra parte, pueden ser eliminadas sin las dificultades que se encuentran habitualmente para el enfriamiento de las cubas de ataque, en particular cuando éstas son de grandes dimensiones.

Otras ventajas aparecerán en los ejemplos de realización citados a continuación, que figuran a título ilustrativo y no limitativo.

EJEMPLO I.

Se realiza una fabricación continua de ácido fosfórico con una fase de ataque del mineral en una cuba agitada, no compartimentada, que proporciona una papilla de ácido fosfórico que contiene una suspensión de yeso.

Se trata fosfato de Marruecos 75 y se produce un ácido de concentración: 32% de P_2O_5 y yeso que se trata de forma que se obtenga el hemihidrato. Se utiliza una serie de soluciones de tratamiento cuyo porcentaje de SO_4H_2 varía del 50 al 80%, y la temperatura entre 50 y 120° C.

En 12 ensayos se ha encontrado un rendimiento de solubilización comprendido entre el 99,5 y 99,8%, un rendimiento de lavado comprendido entre 99,4 y 99,9%, y un rendimiento global comprendido entre 99,0 y 99,7%.

EJEMPLO II.

A - Se aplica el procedimiento a una fabricación de ácido fosfórico por el método clásico que suministra yeso y ácido fosfórico al 33-34% de P_2O_5 . Inmediatamente después

384100

29 SE



de haber recogido el ácido producido se hace pasar sobre el filtro que lleva la torta de yeso una solución de tratamiento deshidratante, y se opera en 1 ó 2 pasos, se lava a continuación la torta, parcialmente deshidratada, con agua a la temperatura del ácido.

5

Se dan en el cuadro siguiente los resultados medios de una serie de ensayos: a, b, c, y d.

CUADRO

	SOLUCION DE TRATAMIENTO			RENDIMIENTO GLOBAL	
	SO ₄ H ₂	Temperatura	Número de pasos		
10	a	50-60	90 - 100	1,5	99
15	b	55-75	80 - 50	1,0	98,5 - 99
	c	55-75	80 - 50	2	99,5%
	d	sin tratamiento		0	96 - 97%

20

Se ve que se obtienen en a y b rendimientos del orden del 99% con soluciones deshidratantes que conducen a una torta parcialmente deshidratada pero que guarda sin embargo, buenas cualidades de filtración y lavado. En c la deshidratación es más completa y el rendimiento es todavía mejor. A título comparativo se opera en d, sin tratar la torta, pero lavándola solamente según la técnica clásica, y el rendimiento obtenido no es más que del 96 al 97%.

25

B - Se aplica el procedimiento de la invención a una fabricación continua de ácido fosfórico de elevada concentración, por el método clásico al yeso.

30

Se trata primero un yeso que proviene del ataque del

384100

29 SEP.



fosfato de Togo y, que, por el método habitual, proporciona un ácido fosfórico al 40% con un rendimiento del orden del 96%.

5 La torta de yeso es tratada conforme a la invención por una solución deshidratante que contiene 65% de ácido sulfúrico, a una temperatura de 70º C. El rendimiento global es entonces superior al 99%. La torta de sólido deshidratado con
10 conserva sus cualidades de filtración, se la lava con agua a la misma temperatura y se comprueba que las cualidades que presentaba la torta de yeso al lavado, se conservan.

EJEMPLO III.

Se aplica el procedimiento de la invención a una fabricación de ácido fosfórico al 50% por el método del hemihidrato. Se obtiene a la salida de la cuba de ataque una
15 pillilla de hemihidrato después de la separación, que se trata sobre el filtro con una solución que contiene 80% de SO_4H_2 y a la temperatura de 80º C. La torta de anhídrita así obtenida es filtrada y lavada con agua a la temperatura del ácido. El rendimiento global es de 99,5%.

20 EJEMPLO IV.

En una fabricación de ácido fosfórico al 50% de P_2O_5 , por el método del hemihidrato, como en el ejemplo precedente, se separa el sólido formado sobre un filtro de superficie plana y de pared exterior escamotable. Se trata el sólido
25 lido en el filtro con una solución a 70º C, que contiene 200 g de ácido sulfúrico por litro, después se hace un lavado metódico con agua a la misma temperatura, y se evacua inmediatamente el yeso formado por medio de un husillo helicoidal. El rendimiento global es del 99%.

30 Según una variante, en la misma fabricación de ácido

384100 29 SE



fosfórico que en el ejemplo precedente, se separa una frac-
ción de la papilla de hemihidrato y se la envía a una seca-
dora centrífuga, después de haber recogido el ácido produci-
do se trata el sólido con la misma solución hidratante que
5 anteriormente, después por lavado con agua con agitación.
El rendimiento global alcanza el 99,2%.

N O T A :

En resumen la presente patente de invención se con-
trae a las siguientes reivindicaciones:

10 1a.- "Perfeccionamientos en la fabricación de ácido fosfó-
rico por vía húmeda y de sulfato de calcio" práctica-
mente exento de fosfato sincristalizado con el sulfato, por
solubilización del fosfato de calcio por medio de ácido sul-
fúrico o de una mezcla de ácido sulfúrico y fosfórico, sepa-
15 ración del ácido fosfórico del sulfato de calcio por medio
de un dispositivo de separación conveniente, puesta en con-
tacto del sulfato de calcio con una solución de tratamiento
capaz de provocar un cambio del estado de hidratación, sepa-
ración y lavado, caracterizados porque se realiza la puesta
20 en contacto del sulfato de calcio con la solución de trata-
miento en el mismo dispositivo de separación del ácido fos-
fórico.

25 2a.- "Perfeccionamientos en la fabricación de ácido fosfó-
rico por vía húmeda y de sulfato de calcio", según rei-
vindicación 1a, caracterizados porque la solución de trata-
miento es una solución acuosa que contiene ácido sulfúrico.

30 3a.- "Perfeccionamientos en la fabricación de ácido fosfó-
rico por vía húmeda y de sulfato de calcio", según rei-
vindicación 1a, caracterizados porque la solución de trata-
miento contiene ácido sulfúrico proporcionado por una parte

384100

29 SEP



5 al menos del ácido sulfúrico necesario para el ataque, del
ácido fosfórico del reciclado que proviene de una de las
fases del lavado metódico del sulfato de calcio después de
su transformación: la solución de tratamiento se pone en
contacto con el sulfato de calcio por un paso al menos a
través del sulfato de calcio, ajustándose si fuera necesario,
la temperatura y la concentración de la solución de trata-
miento en cada paso, y la solución de tratamiento que sale
del dispositivo de separación es reenviada a la zona de ata-
que.

10

4a.- "Perfeccionamientos en la fabricación de ácido fosfó-
rico por vía húmeda y de sulfato de calcio", según rei-
vindicación 1a, caracterizados porque se cambia el estado de
hidratación del sulfato de calcio que proviene del ataque a
un estado de hidratación superior, por puesta en contacto con
una solución de tratamiento que contiene del 5 al 25 por cien-
to de ácido sulfúrico y de 0 al 20 por ciento de ácido fosfó-
rico expresado en P_2O_5 , a una temperatura comprendida entre
20 grados centígrados y 100 grados centígrados, en un dispo-
sitivo de separación de tipo decantador o de tipo secador.

15

20

5a.- "Perfeccionamientos en la fabricación de ácido fosfó-
rico por vía húmeda y de sulfato de calcio", según rei-
vindicación 1a, caracterizados porque se cambia el estado de
hidratación del sulfato de calcio que proviene del ataque,
a un estado de hidratación inferior por puesta en contacto
con una solución de tratamiento que contiene de 98 a 50 por
ciento de ácido sulfúrico y de 0 a 35 por ciento de P_2O_5 , a
una temperatura comprendida entre 20 grados centígrados y la
temperatura de ebullición, en un dispositivo de separación
del tipo filtro o del tipo decantador o del tipo secador.

25

30

384100

29 SEP



5 6a.- "Perfeccionamientos en la fabricación de ácido fosfórico por vía húmeda y de sulfato de calcio", según reivindicaciones 1ª y 3ª, caracterizados porque se transforma el yeso en hemihidrato poniendo el yeso en contacto con una solución acuosa de tratamiento que contiene de 80 a 25 por ciento de ácido sulfúrico y de 0 a 30 por ciento de P₂O₅, a una temperatura comprendida entre 60 grados centígrados y 70 grados centígrados, en un dispositivo de separación de tipo filtro horizontal continuo bajo vacío.

10 7a.- "Perfeccionamientos en la fabricación de ácido fosfórico por vía húmeda y de sulfato de calcio", según reivindicación 1ª, caracterizados porque el contacto de la solución de tratamiento con el sulfato de calcio se efectúa durante el tiempo, generalmente comprendido entre 15 segundos y 5 minutos, necesario al menos para un paso de la solución de tratamiento a través del sulfato de calcio.

15 8a.- "Perfeccionamientos en la fabricación de ácido fosfórico por vía húmeda y de sulfato de calcio", según reivindicación 1ª, caracterizados porque se introduce en el dispositivo de separación al mismo tiempo que el medio reaccional de ataque, una cantidad inferior al 10 por ciento del sólido del medio reaccional, de cristales que presentan el mismo estado de hidratación que el sulfato de calcio que se desea obtener por puesta en contacto con la solución de tratamiento.

20 9a.- "PERFECCIONAMIENTOS EN LA FABRICACION DE ACIDO FOSFORICO POR VIA HUMEDA Y DE SULFATO DE CALCIO", según queda descrito y reivindicado en la precedente memoria y nota reivindicatoria que consta de 17 páginas mecanografiadas y dibujos adjunto.

25
30

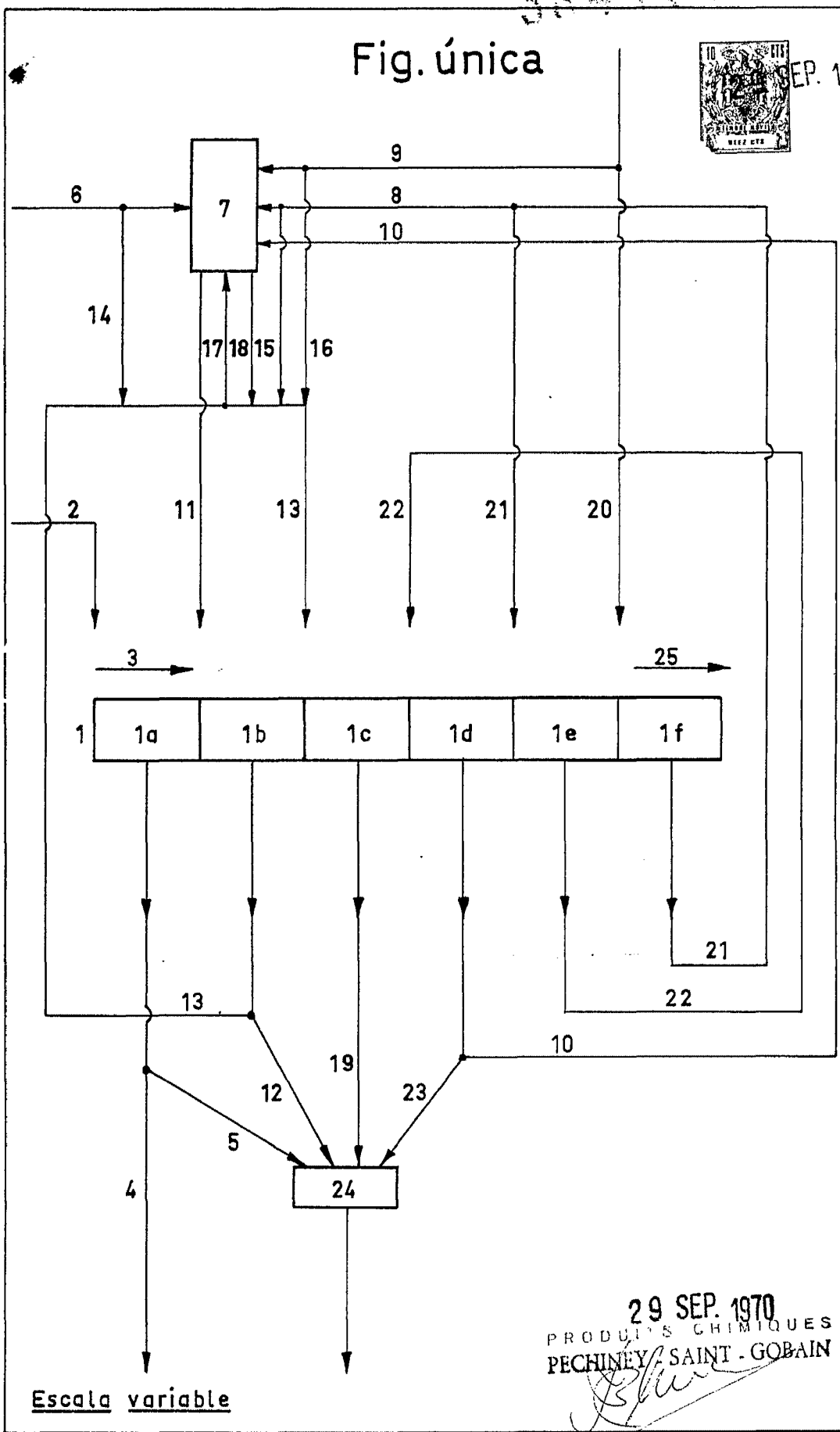
Madrid, 29 SEP. 1970
 PRODUITS CHIMIQUES
 PECHINEY-SAINTE-GOBAIN

394100

Fig. única



29 SEP. 1970



Escala variable

29 SEP. 1970
PRODUITS CHIMIQUES
PECHINEY-SAINT-GOBAIN

[Handwritten signature]