

401081

PATENTE DE INVENCION

PC 1125.

SECCION TECNICA	=====
CLASIFICACION I. P. C.	
CLASE	_____
SUBCLASE	_____

401081



# Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA FABRICAR, POR VIA HUMEDA, ACIDO FOSFORICO CONCENTRADO.

=====

*Solicitante* RHONE-PROGIL., entidad francesa, residente en 6, rue Piccini, 75 - Paris-16e, Francia.

Int. Cl. <sup>4a</sup>	C 01 B, C 01 F
------------------------	----------------

La presente invención se refiere a un procedimiento para producir directamente, con un rendimiento elevado, ácido fosfórico muy concentrado y sulfato de calcio que tenga, al menos globalmente, una buena aptitud para la filtración y el lavado, a partir de fosfato de calcio y de ácido sulfúrico que reaccionan en varias zonas de reacción.

5.

Procedimientos basados sobre el ataque del fosfato en una serie de reactores, que reciben cada uno ácido sulfú-

POOR QUALITY



- rico, mineral de fosfato y ácido fosfórico diluido, se han descrito, principalmente en la patente francesa 814.064, la patente francesa 1.212.825. En estos procedimientos, la papilla producida en el primer reactor
5. pasa al segundo, eventualmente al tercer reactor y así sucesivamente, de forma que los volúmenes de las papillas se adicionan y los reactores son necesariamente voluminosos. Por otra parte estos procedimientos no pueden producir más que ácidos relativamente poco concentrados, de una concentración generalmente del orden del 30 % en  $P_2O_5$ .
- 10.

- También se conocen procedimientos que, para llegar a un buen rendimiento químico, proponen atacar el fosfato en condiciones que produzcan el sulfato de calcio en formas sucesivas diferentes, por ejemplo en forma de yeso, que se recristaliza a continuación en semihidrato, según principalmente las patentes francesas 1.453.399 ó 1.485.940, o a la inversa, producen en primer lugar el semihidrato recristalizado, y a continuación el yeso, según principalmente las patentes francesas 1.409.405, 1.344.871, 1.491.767, 1.498.272, 1.534.672. Estos procedimientos obligan a filtrar dos veces la totalidad del sulfato de calcio obtenido, en primer lugar en una forma y a continuación en la otra; además, los aparatos que tratan el semihidrato trabajan en condiciones difíciles de temperatura y de corro-
- 15.
- 20.
- 25.

401081

22 MAR. 1930



- 3 -

sión, y se tropieza también con los inconvenientes, bien conocidos, provocados por la separación de semihidrato: malos rendimientos en  $P_2O_5$ , incrustaciones y obstrucciones de telas filtrantes.

5.

La solicitante ha encontrado ahora un procedimiento que permite obtener directamente, por vía húmeda, un ácido fosfórico, de una concentración del 30 al 55 % en  $P_2O_5$ , sin excesos de ácido sulfúrico, con un rendimiento global muy elevado debido principalmente a excelentes rendimientos de ataque y de lavado, incluso a las concentraciones más elevadas, con calidades de filtración mejoradas con relación a las de los procedimientos conocidos.

10.

15.

Según la invención, se hace reaccionar en continuo fosfato de calcio y ácido sulfúrico en varias zonas de reacción repartiéndose el fosfato de calcio y el ácido sulfúrico entre las diferentes zonas de reacción, se filtra la papilla producida en cada zona de reacción, se introduce en la primera zona de reacción la mayor parte del agua utilizada en el procedimiento en forma de ácido diluido que resulta del lavado con agua de las materias sólidas, se introduce el filtrado de cada zona de reacción en la zona de reacción siguiente, de forma que la concentración en  $P_2O_5$  de la fase líquida de cada zona de reacción sea más elevada que la de la zona de reacción precedente, y se recoge el filtrado de la última zona de reacción, que constituye la producción.

20.

25.

401081



- 4 -

5.

10.

15.

20.

25.

Aunque se pueda efectuar la filtración de las diferentes papillas sobre filtros distintos, correspondiendo cada filtro a una zona de reacción, es sin embargo particularmente ventajoso depositar sucesivamente sobre un mismo filtro las papillas producidas en las diferentes zonas de reacción, superponerlas en capas, filtrarlas, lavarlas conjuntamente con agua. Se envía entonces a la primera zona de reacción el filtrado que contiene el agua de lavado, se envía a la segunda zona de reacción el filtrado que corresponde a la primera zona de reacción y así sucesivamente hasta el filtrado más concentrado que corresponde a la última zona de reacción, constituyendo este filtrado la producción.

Según las condiciones de temperatura y de concentración utilizadas en cada zona, el sulfato de calcio que resulta del ataque del fosfato cristaliza bien en forma de dihidrato, bien en forma de semihidrato bien en forma de anhidrita.

Se ha observado de forma inesperada que, incluso en el caso en que el estado cristalino del sulfato de calcio difiera de una papilla a la otra, las capas se superponen sin interpenetrarse y sin recristalizaciones notables o perjudiciales para la filtración.

Se introduce cada papilla sobre el filtro en el momento en que la capa precedente cesa de estar recubierta de líquido.

401081

22-MAR-1972



- 5 -

5. Se colocan generalmente sobre el filtro las diferentes papillas de forma que aquella cuya fase líquida sea la más concentrada en  $P_2O_5$  esté colocada por debajo, y aquella cuya fase líquida sea la menos concentrada en  $P_2O_5$  esté colocada por encima. Así pues cada capa de materia sólida es atravesada por una fase líquida menos concentrada que la fase líquida que la impregna, efectuándose así un primer lavado.

10. Según un modo de realización del procedimiento de la invención, se dan, en las diferentes zonas de reacción, condiciones de temperatura y de concentración en  $P_2O_5$  en la fase líquida tales que conducen a la formación de sulfato de calcio dihidratado. Es ventajoso, en este caso, mantener en la fase líquida de las zonas de reacción, que preceden a la última, un contenido en ácido sulfúrico superior a 30 gramos por litro, y de preferencia, comprendido entre 40 y 120 gramos por litro y, en la última zona de reacción, un contenido en ácido sulfúrico inferior a 30 gramos por litro. Se obtienen en estas condiciones un buen rendimiento en  $P_2O_5$ , una marcha estable y una buena velocidad de filtración.

15. Según otro modo de realización del procedimiento de la invención, se dan, al menos en la última zona de reacción, condiciones de temperatura y de concentración en  $P_2O_5$  en la fase líquida tales que conduzcan a la formación de

20.

25.

2025



sulfato de calcio poco o nada hidratado como el semihidrato o la anhídrita. Es ventajoso en este caso, regular las concentraciones en la fase líquida con el fin de no tener exceso de ácido sulfúrico.

5.

Cuando al menos una de las papillas a filtrar contiene yeso y al menos una de las papillas contiene semihidrato, es ventajoso para evitar el incrustado, depositar en primer lugar en contacto con el soporte filtrante una parte de la papilla de yeso, que forma una delgada capa, y depositar a continuación las capas menos hidratadas y a continuación el resto del yeso.

10.

Según una variante de los métodos utilizados precedentes del procedimiento de la invención, se efectúa, al menos en la primera de las zonas de reacción, la formación de sulfato de calcio dihidratado y, al menos en la última zona de reacción, la formación de sulfato de calcio semihidratado, se separa sobre el filtro el sulfato de calcio semihidratado de las restantes formas de sulfato de calcio, se transfiere este semihidrato a una zona de reacción suplementaria, se la transforma en sulfato cálcico dihidratado por medio de un líquido que contiene ácido sulfúrico y una parte al menos del agua utilizada en el procedimiento, después que ha servido para el lavado de las materias sólidas y antes de ser introducida en la primera zona de reacción en forma de ácido fosfórico diluido, se filtra el

15.

20.

25.

22 MAR 1952



- 7 -

- fato de calcio transformado y se introduce en la primera zona de reacción el filtrado correspondiente. Es ventajoso extraer del filtro el semihidrato tras lavado, añadir sobre el filtro el resto de la papilla producida en la zona de reacción en yeso, a continuación el yeso obtenido por rehidratación del semihidrato precedentemente extraído del filtro, la papilla más concentrada en  $P_2O_5$  se coloca por debajo, la menos concentrada por encima, filtrar y lavar como precedentemente.
- 5.
10. Se ha encontrado que para la realización de uno cualquiera de los modos de realización del procedimiento, se obtiene ácido fosfórico cuya concentración generalmente superior al 30 % puede alcanzar fácilmente 40-42 % en  $P_2O_5$  operando en yeso. Se obtienen principalmente en condiciones particularmente económicas concentraciones del 34 al 38 % en  $P_2O_5$ . Cuando se opera, al menos parcialmente, en semihidrato, se obtienen fácilmente concentraciones comprendidas entre 40 y 55 % en  $P_2O_5$ . El ácido producido no está cargado de ácido sulfúrico. Los rendimientos obtenidos por el procedimiento de la invención son elevados, incluso a las más altas concentraciones. Se obtienen en particular muy buenos rendimientos de ataque de los fosfatos merced a la mínima cantidad de  $P_2O_5$  perdida con el sub-producto en forma de fosfato bicalcico sincristalizado, en las zonas de reacción en yeso merced al contenido elevado en áci
- 15.
- 20.
- 25.

POOR  
QUALITY

20.5.75

22



- 8 -

do sulfúrico, y en las zonas de reacción en semihidrato recristalizado en yeso, merced a la recristalización en medio ácido sulfúrico diluido. El rendimiento de lavado es muy bueno merced al modo de filtración particular del procedimiento de la invención. Las velocidades de filtración son de 1,5 a 4 veces superiores a las que serían en la producción de un ácido de la misma concentración por un procedimiento conocido, lo que permite producir en la misma cantidad un ácido más concentrado. A igual capacidad de producción de un filtrado determinado se puede aumentar la concentración de 3 a 5 unidades de  $P_2O_5$  % según los fosfatos y las condiciones operatorias.

Cada zona de reacción puede realizarse por un dispositivo cualquiera; en particular puede estar constituida por una cuba tal como la descrita en la patente francesa 1.125.849, sin compartimentar, provista de los dispositivos de agitación, de refrigeración y de desagüe necesarios así como de las entradas de materias primas con sus regulaciones. También puede estar constituida por una cuba compartimentada o incluso por una serie de cubas, principalmente de una serie de dos cubas que tengan cada una sus propias entradas de materias primas. En cada una de las zonas de reacción las condiciones de naturaleza, de origen, de finura del fosfato pueden ser diferentes así como las concentraciones en ácido sulfú-



rico, en  $P_2O_5$  y en aditivos diversos, tales como anti-espumas, modificadores de configuraciones cristalinas, compuestos minerales.

5. El procedimiento permite principalmente producir un ácido fosfórico concentrado tratando un fosfato de características desfavorables en una o varias zonas de reacción de baja concentración en  $P_2O_5$ , y un aporte de fosfato de características favorables en una zona de elevada concentración en  $P_2O_5$ .

10. Todos los tipos de filtros utilizados generalmente en la industria pueden convenir. Se puede utilizar un aparato que comprende varios filtros y, en particular un aparato utilizado industrialmente en uno de los procedimientos conocidos de múltiples filtraciones; se adaptan entonces las entradas de papillas y las tuberías de ácidos necesarias para la realización del procedimiento.

15. Es particularmente ventajoso utilizar un filtro único, continuo, bajo vacío, que tenga la propiedad de separar bien los filtrados, tal como el filtro de mesa giratoria horizontal descrito en la patente francesa 1.327.693 eventualmente provisto de un "presector" descrito en la patente francesa 1.334.531; cuando se trata del semihidrato sobre un filtro del tipo descrito en la patente francesa 1.327.693, es ventajoso colocar en primer lugar en contacto con la superficie filtrante una delgada capa de papilla

20.

25.



- de yeso producida en una de las zonas de reacción, a continuación la o las capas de semihidrato; cuando se desee separar preferentemente una o varias capas de materias sólidas, se añadirá al filtro uno o varios dispositivos distintos de extracción de la materia sólida tal como raspadores o tornillos de Arquímedes y las tolvas correspondientes. En todos los casos el filtro no comprenderá más que una sola zona de lavado de las telas filtrantes, situada al final del ciclo de filtración.
- 5.
10. Se puede principalmente utilizar el procedimiento de la invención en uno de los aparatos esquematizados en una u otra de las 5 figuras del anexo.
- En la figura 1 se vé una zona de reacción 1 que puede estar constituida principalmente por una o varias cubas de reacción cuyos dispositivos de agitación, de desagüe y anexos no están representados. El fosfato se introduce por el conducto 2, el ácido sulfúrico por el conducto 3 y el ácido fosfórico débil, procedente del lavado de las materias sólidas, por el conducto 4. Se ve en 5 una zona de reacción representada esquemáticamente, que recibe en 6 fosfato, en 7 ácido sulfúrico y en 8 ácido fosfórico producido por la reacción en el sistema 1. Por otra parte la papilla producida en 5 se introduce por el conducto 9 sobre un aparato de separación 10 que recibe a continuación por el conducto 11 la papilla producida en 1. La produc-
- 15.
- 20.
- 25.

22 MAR 1972



- 11 -

5. ción es recogida y evacuada por 12. El agua de lavado de las materias sólidas se introduce por el conducto 13, en 14 se evacuan las materias sólidas y por el conducto 15 se introduce el agua de lavado del soporte filtrante; los circuitos de lavado metódico de las materias sólidas no están representados, únicamente dispositivos, conocidos por otra parte, tales como el "presector de filtración", pueden adicionarse al dispositivo de separación 10.

10. En la figura 2 se ve una variante del modo de realización representado esquemáticamente en la figura 1. En la variante de la figura 2, la primera zona de reacción está compuesta de dos aparatos de reacción 21 y 22, teniendo cada uno su alimentación en fosfato, ácido sulfúrico y ácido fosfórico, representados respectivamente en 23, 24 y 25 para el aparato 21 y 26, 27 y 28 para el aparato 22. Las regulaciones son tales, que la concentración en  $P_2O_5$  en la fase líquida del aparato 22 sea superior a la de la fase líquida del aparato 21, y que el sulfato de calcio precipite bajo la misma forma, bien yeso, bien semi-hidrato, bien anhidrita en los dos aparatos 21 y 22. El medio reaccional del aparato 21 fluye por desbordamiento al aparato 22. La zona de reacción 5 puede, en otra forma de realización no representada, componerse de dos aparatos de reacción comunicantes regulados para que el sulfato de calcio precipite allí bajo la misma forma. Las papillas producidas en los aparatos de reacción 21 y 22 pueden igualmente, en otro modo de

15.

20.

25.



realización no representado, filtrarse separadamente en el filtro 10, el segundo aparato 22 recibe entonces solamente el licor madre producido en el aparato 21. Es posible realizar el procedimiento merced al dispositivo de la figura 2, regulando las condiciones de marcha de forma que las zonas de reacción 21 y 22 produzcan una papilla de yeso y la zona de reacción 5 produzca semihidrato. Es ventajoso en este caso modificar ligeramente el dispositivo adaptando un conducto suplementario que permita admitir un poco de yeso de 22 sobre el soporte filtrante.

En la figura 3 se ve un aparato que permite la realización de otro modo de ejecución del procedimiento de la invención, en el cual 31 representa esquemáticamente una o varias cubas provistas de sus dispositivos de agitación, de refrigeración, de desagüe, así como de sus anexos. El fosfato se introduce por el conducto 32, el ácido sulfúrico por el conducto 33 y el ácido fosfórico débil, procedente de los lavados sobre el filtro, por el conducto 34. Se ven, en 35 y 36, los conductos que permiten llevar al filtro la papilla de yeso producida en la zona de reacción 31. Se ve en 37 un sistema de reacción que funciona principalmente en semihidrato y alimentado en fosfato por 38, en ácido sulfúrico por 39 y en ácido fosfórico débil por 40 y cuya papilla de semihidrato se lleva al filtro 10 por el conducto 41. Se recoge en 42 el ácido fosfórico concentrado como producto



5. final. Se lavan las capas superpuestas de materias sólidas sobre el filtro merced a los líquidos llevados por el conducto 43, tras lo cual se evacua la capa de semihidrato por el conducto 44, hasta la zona de recristalización y de reacción 45 que recibe por el conducto 46 un aporte de ácido sulfúrico y por el conducto 47 ácido fosfórico muy débil procedente del lavado de las materias sólidas. El conducto 48 permite llevar el yeso de recristalización de 45 sobre las capas de yeso previamente aportadas por 35 y 36 sobre el filtro. El conducto 49 permite llevar agua para el lavado de las materias sólidas, estas se evacuan en 50 y en 51 se ve una llegada de agua para el lavado del soporte filtrante.

10. 15. No se estará fuera del ámbito de la invención cuando se realice una variante de los modos de ejecución precedentes merced al aparato esquematizado en la figura 4. Según esta variante se ataca el fosfato en las zonas de reacción 31 y 37 como precedentemente, pero se efectúa otro modo de filtración; se colocan sucesivamente sobre el filtro una delgada capa de yeso por el conducto 35, a continuación la torta de semihidrato por el conducto 41 y a continuación el resto del yeso procedente de la zona 31 por 36, a continuación el yeso de recristalización procedente de la zona 45 por 48 y se somete el conjunto a un lavado metódico esquematizado en 52. Finalmente se extrae

20. 25.



- separadamente por medio de un dispositivo 53 la capa de semihidrato para recristalizarla en la cuba 45 y se la reenvia al filtro como precedentemente por 48. Esta realización presenta la ventaja de extraer del filtro una torta de semihidrato muy bien lavada y, como consecuencia, de efectuar rápidamente la recristalización, con un pequeño volumen de reacción y un excelente rendimiento de extracción del  $P_2O_5$ . En este caso es útil elegir un tipo de filtro de una superficie ligeramente mayor que permita utilizar la ventaja precitada.
- 5.
- 10.
- No se estará tampoco fuera del ámbito de la invención reduciendo o eliminando la fracción de fosfato atacada con formación de yeso. Se realizaría en este caso el procedimiento de la invención en una o varias zonas de ataque en semihidrato, un sistema de recristalización de semihidrato en yeso, y un filtro sobre el cual se superpondrían las capas de semihidrato y de yeso, y en el que se extraería como precedentemente el semihidrato para enviarla hacia el sistema de recristalización.
- 15.
- 20.
- Se puede aún sin salirse del ámbito de la invención, realizar otra variante de los modos de ejecución precedentes, merced al aparato representado esquemáticamente en la figura 5. Se produce yeso y semihidrato como precedentemente en 31 y 37, y se les filtra en capas superpuestas sobre un filtro 10. Se extrae separadamente el semihidrato
- 25.



por medio de un dispositivo 54, se le recristaliza en yeso en la zona de recristalización 45 por medio de un líquido de lavado aportado por 58 y adicionado de ácido sulfúrico por 46, a continuación se envía el sulfato de calcio transformado sobre un segundo aparato de separación 55, y se introduce la fase líquida así producida, por el conducto 56, en la zona de lavado del filtro 10, antes de introducirla en la primera zona de reacción. Se ve en 57 un aporte de agua para el lavado de la torta. El aparato 55 no trata más que una parte de las materias sólidas, y en condiciones poco corrosivas, es por tanto menor y de una construcción más simple que el filtro 10.

El procedimiento presenta la ventaja de producir un yeso puro, en particular en la zona de reacción en que se mantiene un contenido elevado de ácido sulfúrico, o incluso en la que se produce yeso por recristalización del semihidrato. El procedimiento permite extraer separadamente la o las capas de yeso de mayor pureza.

Se ve también que el procedimiento de la invención presenta una ventaja en la elección del modo de realización así como en la elección de las condiciones de trabajo mejor adaptadas a la cantidad y a la concentración del ácido que se desea producir, así como a la naturaleza de las materias primas; el procedimiento hace posible principalmente la utilización simultánea de varios fosfatos evitando mezclar



- papillas diferentes lo que puede ser desfavorable. De este modo se puede reservar el fosfato más "noble" y el más caro a las zonas de reacción donde la concentración en  $P_2O_5$  sea la más elevada. Otra ventaja es que el procedimiento se desarrolla en aparatos corrientes en la industria. Talleres ya existentes que comprendan varios sistemas de reacción pueden adaptarse muy fácilmente al procedimiento de la invención. El procedimiento permite así mejorar las ventajas de una instalación existente añadiéndole una o varias zonas de ataque, las papillas producidas serán superpuestas sobre el filtro existente. Además en el caso en que se produzca semihidrato, las condiciones difíciles de trabajo en medio corrosivo no están reunidas más que para una parte del fosfato, siendo generalmente del 25 al 75 % del total. Igualmente, los reactores necesarios para la recristalización de semihidrato no tienen más que un volumen reducido que permite tratar solamente la parte de sulfato de calcio correspondiente.
5. A continuación se da en referencia a las figuras 8 ejemplos de realización de la invención a título ilustrativo y no limitativo. En todos los ejemplos la velocidad de filtración estará definida por la producción específica del filtro, estando expresada esta en kilos de  $P_2O_5$  producido por metro cuadrado de superficie filtrante y por hora para un espesor de torta que corresponde a
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.



- 17 -

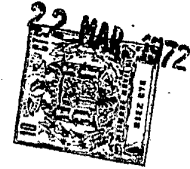
40 kilos de sulfato cálcico dihidratado por metro cuadrado.

Ejemplo 1

- Se utiliza el aparato de la figura 1, en la que cada zona de reacción está constituida por una cuba. Se
5. introducen en la cuba 1, 74,5 partes de fosfato Togo molido. Se regula la marcha de forma que el líquido de 1 tenga un contenido en ácido sulfúrico próximo a 75 g/l. Se opera en medio yeso y el contenido en materias sólidas de 1 se mantiene constante y próximo al 35 % en peso. La concentración en  $P_2O_5$  del líquido de 1 es del 30,6 %. Se le introducen en la cuba 5, 25,5 partes de fosfato Togo molido. Se regula la marcha con el fin de operar en medio yeso y que el líquido de 5 tenga un contenido en ácido sulfúrico próximo a 20 g/l, y un contenido en  $P_2O_5$  del 39,75 %. Se filtran las dos papillas superpuestas, y se obtiene una producción específica del filtro de 330 kg de  $P_2O_5/m^2-H$ . A título de comparación, se mide en las mismas condiciones la producción específica de una papilla obtenida en la fabricación, por una técnica conocida, en un solo reactor, de un ácido fosfórico al 40 % de  $P_2O_5$  y se encuentran 90 kg de  $P_2O_5/m^2-H$ .
- 10.
- 15.
- 20.

El rendimiento de ataque del fosfato, según el análisis de las materias sólidas es del 98,35 %. Resulta, de hecho, del ataque, con un rendimiento del 99 %, de 74, partes del fosfato en 1 y del ataque, con un rendimiento

25.



del 97,1 % de las 25,5 partes restantes del fosfato.

Ejemplo 2

5. Se utiliza el aparato de la figura 2. Se opera en medio yeso en las cubas 21 y 22 y en medio semihidrato en la cuba 5. Se introducen 37 partes de fosfato Togo molido en la cuba de ataque 21, regulada de forma que se tenga un contenido en ácido sulfúrico próximo a 75 g/l y un contenido en materias sólidas próximo al 40 % en peso. La concentración en  $P_2O_5$  es próxima al 27 % en esta cuba.
10. Se introducen en 22, 27 partes de fosfato, se mantiene un contenido en ácido sulfúrico próximo a 30 g/l y un contenido en materias sólidas próximo al 35 % en peso. La concentración en  $P_2O_5$  es próxima al 37,5 % en la fase líquida.
15. Se introducen en 5, 36 partes de fosfato, se mantiene un contenido en ácido sulfúrico próximo a 8 g/l. Se obtiene una fase líquida cuya concentración media en  $P_2O_5$  es del 49,85 %. Se filtra superponiendo sobre el aparato una delgada capa de yeso procedente de 22 y a continuación
20. el semihidrato procedente de 5, a continuación el resto de yeso procedente de 22.
25. El análisis de las materias sólidas muestra que se obtiene un rendimiento de ataque del fosfato del 97,55 % este valor resulta del rendimiento del 98,95 % obtenido sobre 64 partes de fosfato en las zonas de reacción 21 y 22.



- y del rendimiento del 94,8 % obtenido sobre las 35 partes restantes del fosfato en la zona 5. Se obtiene por tanto una mejora del 2,75 % con relación a un procedimiento clásico consistente en tratar el 100 % del fosfato en medio semihidratado. A esta mejora se añade una ganancia sobre el rendimiento de lavado, debida al hecho de que el balance de agua es más favorable puesto que se dispone además, para el lavado de las materias sólidas, de la diferencia de la cantidad de agua de cristalización existente entre el yeso y el semihidrato para un 64 % del fosfato tratado es decir, aproximadamente 160 litros de agua por tonelada de fosfato tratado. Además, el sulfato de calcio más puro que constituye la capa superior de la torta de filtración, puede extraerse fácilmente y valorizarse a parte.
5. Se obtiene una producción específica de filtración de 180 kg de  $P_2O_5$  por  $m^2$  y por hora. A título de comparación, la producción específica de filtración obtenida durante la producción de ácido al 50 % de  $P_2O_5$  tratando en semihidrato la totalidad del fosfato, según un método conocido, es de 100.
10. Se obtiene una producción específica de filtración de 180 kg de  $P_2O_5$  por  $m^2$  y por hora. A título de comparación, la producción específica de filtración obtenida durante la producción de ácido al 50 % de  $P_2O_5$  tratando en semihidrato la totalidad del fosfato, según un método conocido, es de 100.
15. Se obtiene una producción específica de filtración de 180 kg de  $P_2O_5$  por  $m^2$  y por hora. A título de comparación, la producción específica de filtración obtenida durante la producción de ácido al 50 % de  $P_2O_5$  tratando en semihidrato la totalidad del fosfato, según un método conocido, es de 100.
20. Se obtiene una producción específica de filtración de 180 kg de  $P_2O_5$  por  $m^2$  y por hora. A título de comparación, la producción específica de filtración obtenida durante la producción de ácido al 50 % de  $P_2O_5$  tratando en semihidrato la totalidad del fosfato, según un método conocido, es de 100.

### Ejemplo 3

- Se utiliza el aparato de la figura 3 y se opera en medio yeso en la cuba 31 y en medio semihidrato en la cuba 37. Se introducen en la cuba 31, 100 partes por hora de fosfato Togo molido, y ácido sulfúrico del 93 %, en can-
- 25.

22 MAR 1972

tividad tal que la fase líquida de la papilla contenga aproximadamente 73 g/l de ácido sulfúrico.

- Se regula la instalación de forma que el contenido en materias sólidas del medio reactivo sea constante principalmente por un dispositivo en sí conocido, y no representado, de regulación del caudal del ácido débil procedente del lavado y conducido por 34. Se regula la temperatura a 75°C; la fase líquida de este medio reaccional contiene entonces 29,3 % de  $P_2O_5$ . Se comprueba que el yeso formado no contiene más que 0,4 % de  $P_2O_5$  sin cristalizado y 0,7 % de  $P_2O_5$  no solubilizado, la pérdida total por tanto no es más que del 1,10 % de  $P_2O_5$  para el fosfato introducido en la primera zona de reacción.
- 5.
- 10.

- En la cuba 37 se introducen 108,5 partes por hora de fosfato Togo molido, y ácido sulfúrico del 93 % regulando el caudal de forma que la fase líquida de la papilla contenga 8 g/l de ácido sulfúrico así como 49,8 % de  $P_2O_5$ . La temperatura se mantiene a 91°C y el contenido en materias sólidas se mantiene prácticamente constante. Se introduce sobre el filtro, por el conducto 35, un pequeño caudal de papilla producida en la primera cuba de reacción 31 lo que crea una capa de yeso de 4 mm de espesor medio, a continuación se introduce por 41 la papilla producida en la cuba de reacción 37, esta papilla forma una capa que se superpone a la delgada capa de yeso ya presente. Se recogen en un día
- 15.
- 20.
- 25.

22 MAR 1972



- 21 -

positivo no representado, tal como un preseccionador de filtración, los líquidos turbios o que corresponden a la delgada capa de yeso, después se recoge en 42 el ácido concentrado del 49,8 % en  $P_2O_5$  que constituye la producción. Se lava la torta así formada por un líquido de lavado conducido por 49 y se efectúa un segundo lavado no representado en la figura, por un ácido débil pretomado de la alimentación de la cuba de recristalización.

Se extrae, por medio de dispositivos, no representados tales como tornillo de Arquímedes, la parte de la torta constituida por el semihidrato y se la evacua a la zona de recristalización 45, donde se la somete a la acción de un medio reaccional que contiene 100 g/litro de ácido sulfúrico. Se conduce entonces por 36 sobre el filtro el resto de la papilla de yeso producida en la primera cuba de reacción, a continuación por 48 la papilla producida en la cuba de recristalización 45. Se somete el conjunto de las capas a un lavado metódico, por ejemplo, según un método clásico, por medio de 260 partes por hora de agua de lavado. Se evacua la torta y se lavan con agua las telas filtrantes. Se han utilizado en total 184 partes de ácido sulfúrico.

El rendimiento final observado sobre la totalidad (208,5 partes) del fosfato es del 98,75 %.

En efecto, sobre las 108,5 partes de fosfato tra-



- tado en semihidrato, recristalizado a continuación en yeso, no se tiene más que una pérdida total del 0,6 % en  $P_2O_5$ , de la cual el 0,4 % de  $P_2O_5$  sin cristalizado y el 0,20 % de  $P_2O_5$  no solubilizado; de las 100 partes restantes de fosfato se observa una pérdida del 1,10 %, lo que para la totalidad, representa una pérdida media del 0,84 % a la cual se añade una pérdida del 0,40 % debido al lavado.
- 5.

- Las velocidades de filtración corresponden a una superficie de filtración sensiblemente equivalente para la primera fase de la filtración, y para la segunda. La superficie total necesaria en la producción de ácido al 50 % no es más que del 10 al 20 % superior a la que sería necesaria para la producción de una cantidad igual de ácido al 30 % de  $P_2O_5$  por un procedimiento clásico.
- 10.

15. Ejemplo 4

Se utiliza el mismo dispositivo que precedentemente y se mantienen en él las mismas temperaturas.

- Se introducen 100 partes de fosfato en la cuba 31 y 104 partes en la cuba 37. Se mantienen constantes en las fases líquidas de estas dos cubas los contenidos en ácido sulfúrico respectivamente a 70 g/l y a 6 g/l y los contenidos en  $P_2O_5$  son respectivamente en las dos fases líquidas muy próximos al 35 % y al 55 % de  $P_2O_5$ .
- 20.

- La filtración se efectúa en las mismas condiciones que precedentemente y se comprueba que las superficies
- 25.



- 23 -

de filtración necesarias son menores que si la totalidad del fosfato hubiese sido tratada en estado de semihidrato.

Ejemplo 5

5. Se regula la misma instalación que precedentemente para la introducción de 100 partes de fosfato en la cuba 31 y 296 partes en la cuba 37.

10. Las fases líquidas de las dos cubas tienen, respectivamente concentraciones en  $P_2O_5$  muy próximas al 25 % y al 55 % en  $P_2O_5$  y el contenido en ácido sulfúrico muy próximo a 85 g/l y 6 g/l.

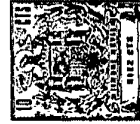
15. La filtración se hace como precedentemente, pero con una superficie de filtración ligeramente mayor. El rendimiento es mayor que el obtenido en los dos ejemplos precedentes, por la disminución de las pérdidas a la vez en  $P_2O_5$  sincristalizado y en  $P_2O_5$  no solubilizado.

Ejemplo 6

20. En las mismas condiciones que precedentemente, se tratan 100 partes de fosfato en la primera cuba, cuya concentración en  $P_2O_5$  en la fase líquida es próxima al 32 % y el contenido en ácido sulfúrico próximo a 75 g/l; se tratan 37,9 partes de fosfato en la segunda cuba, cuya concentración en  $P_2O_5$  en la fase líquida es del 40 % y en ácido sulfúrico de 12 g/l. Se obtiene un rendimiento superior al 98 % con una superficie de filtración próxima a la necesaria para producir por un método conocido un ácido al 33 %

25.

22 MAR. 1972



- 24 -

en  $P_2O_5$ .Ejemplo 7

- Se utiliza el aparato esquematizado en la figura 4 y se opera en dihidrato en la cuba 31 y en semihidrato en la cuba 37. Se introducen en 31, 100 partes por hora de fosfato Togo molido y ácido sulfúrico al 93 %; la fase líquida de la papilla de yeso contiene aproximadamente 30 gramos de ácido sulfúrico por litro y tiene una concentración en  $P_2O_5$  de 37,5 % en peso. Se introducen en 37, 24 partes por hora de fosfato Togo molido y ácido sulfúrico regulando el caudal de forma que la fase líquida de la papilla contenga 10 g/l de ácido sulfúrico así como 43 % de  $P_2O_5$ . Se utiliza en 10 un filtro "Ucégo" descrito en la patente francesa 1.327.693, provisto de los accesorios necesarios.
5. Se introduce sobre el filtro 10, por el conducto 35, un pequeño caudal de la papilla producida en 31 y a continuación por 41 la papilla producida en 37, a continuación por 36 el resto de la papilla de 31, a continuación por 48 la papilla de yeso producida en 45 para la recristalización del semihidrato. Las capas de torta superpuestas se filtran conjuntamente y se lavan conjuntamente en particular merced a una introducción de agua por el conducto 49, a continuación por medio de un tornillo de Arquímedes representado en 53, se evacúan en 50 las capas de yeso que corresponden a las papillas conducidas por 36 y 48, y se recoge a conti-
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.

22 MAR. 1972



- 25 -

- nuación separadamente, merced a los medios habituales de descarga del filtro, la torta restante, constituida esencialmente de semihidrato. Se la introduce, merced al conducto 44, en 45 y se la trata por un aporte de ácido sulfúrico y de ácido fosfórico a muy baja concentración procedente del filtro 10, y se recristaliza rápidamente en yeso. Merced al hecho de que el semihidrato tratado aquí, ya ha sufrido un lavado con agua, está muy poco cargado con  $P_2O_5$ , una duración de residencia de menos de 30 minutos es muy suficiente para efectuar la recristalización.

#### Ejemplo 8

- Se utiliza el aparato esquematizado en la figura 5 y se opera en medio dihidrato en una cuba 31 y en semihidrato en la cuba 37. Se introducen 100 partes por hora de fosfato Togo en 31 así como ácido sulfúrico al 93 %. La fase líquida de la papilla producida contiene aproximadamente 40 g/l de ácido sulfúrico y 35 % en peso de  $P_2O_5$ . Se introducen en la cuba 37, 61 partes por hora de fosfato Togo molido y ácido sulfúrico del 93 %. La fase líquida de la papilla producida contiene aproximadamente 12 g/l de ácido sulfúrico y 48 % de  $P_2O_5$ . Como en el ejemplo 7, se introducen sucesivamente sobre un filtro representado en 10, la papilla de 31 por los conductos 35 y 36 y la papilla de 37 por el conducto 41, se filtra y se lava en particular merced a una introducción de agua hecha en 49, las capas de



- torta depositadas sobre el filtro. Por medio de un rasca-  
dor representado en 54, se evacua hacia la descarga la  
mayor parte de la capa de yeso que corresponde a la llega-  
da de papilla 36, y se recoge a continuación merced a los  
5. medios habituales de descarga del filtro la torta restante,  
constituida esencialmente de semihidrato, que se envia por  
el conducto 44 a la cuba 45 donde, merced a aportes de áci-  
do sulfúrico y de ácido fosfórico de muy baja concentración  
en  $P_2O_5$  introducidos respectivamente por los conductos 46  
10. y 58 la recristalización en yeso se efectúa en menos de  
30 minutos. La papilla de 45 se introduce por el conducto  
48 sobre un segundo filtro 55 de pequeñas dimensiones don-  
de se filtra y se lava el filtrado concentrado extraído  
del filtro 55 es enviado por el conducto 56 hacia la zona  
15. de lavado con el ácido debil de la torta del filtro 10.  
Se introduce en 57 un aporte de agua para el lavado de la  
torta del filtro 55. La duración de recristalización en la  
cuba 45 es pequeña, debido a que el semihidrato tratado  
ya está lavado y el yeso obtenido se lava facilmente sobre  
20. el pequeño filtro 55. El semihidrato que se ha tratado en  
la cuba 45 corresponde a una pequeña fracción de yeso pro-  
ducido puesto que el 38 % solamente del fosfato se trata  
en medio semihidrato.

N O T A

=====

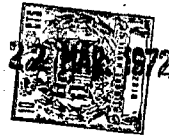
25. Describa suficientemente la naturaleza del in-



- vento, así como la manera de realizarse en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace
5. constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Francia con el número y fecha siguiente: PV. 71.10.132 de 23 de marzo de 1971; acogándose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia
10. del referido invento por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA FABRICAR, POR VIA HUMEDA, ACIDO FOSFORICO CONCENTRADO; caracterizándose por lo siguiente:
15. 1.- Procedimiento para fabricar, por vía húmeda, ácido fosfórico concentrado, así como sulfato de calcio que tiene globalmente una buena aptitud a la filtración y al lavado, en el que se hace reaccionar en continuo fosfato de calcio y ácido sulfúrico en varias zonas de reacción, caracterizado porque comprende repartir el fosfato de calcio y
20. el ácido sulfúrico entre las diferentes zonas de reacción, filtrar la papilla producida en cada zona de reacción, introducir en la primera zona de reacción la mayor parte del agua utilizada en el procedimiento, en forma de ácido fosfórico diluido, resultante del lavado con agua de las materias sólidas, introducir el filtrado de cada zona de reac-
- 25.

*mge*

SECRET



ción en la zona de reacción siguiente de forma que la concentración en  $P_2O_5$  de la fase líquida de cada zona de reacción sea más elevada que la de la zona de reacción precedente y recoger el filtrado concentrado de la última zona de reacción.

5.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque comprende depositar sucesivamente sobre un mismo filtro las papillas producidas en las diferentes zonas de reacción, superponerlas en capas, filtrarlas y lavarlas en conjunto con agua.

10.

3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque comprende trabajar, en las diferentes zonas de reacción, en condiciones de temperatura y de concentración en  $P_2O_5$ , en la fase líquida, que conduzca a la formación de sulfato de calcio dihidratado y mantener en la fase líquida, de las zonas de reacción precedentes a la última, un contenido en ácido sulfúrico superior a 30 gramos por litro, y de preferencia comprendido entre 40 y 120 gramos por litro, y en la última zona de reacción, un contenido en ácido sulfúrico inferior a 30 gramos por litro.

15.

20.

4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque comprende trabajar, en al menos la última zona de reacción, en condiciones de temperatura y de concentración en  $P_2O_5$  en la fase líquida que conduzca a la formación de sulfato de calcio semihidratado y regular las

25.

ME



concentraciones en la fase líquida de manera que no exista exceso de ácido sulfúrico.

5. 5.- Procedimiento según las reivindicaciones 2, 3 y 4, caracterizado porque comprende extraer separadamente sobre el filtro el sulfato de calcio semihidratado, transferirle a una zona de reacción suplementaria, transformarle en sulfato de calcio dihidratado por medio de un líquido que contiene ácido sulfúrico y una parte al menos del agua utilizada en el procedimiento y que ha servido para el lavado de las materias sólidas, filtrar la papilla de sulfato de calcio transformada e introducir en la primera zona de reacción el filtrado correspondiente.

15. 6.- Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado porque comprende filtrar la papilla de sulfato de calcio transformada y enviarla sobre el mismo filtro.

20. 7.- Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado porque comprende filtrar la papilla de sulfato de calcio transformada por medio de un segundo aparato de separación e introducir el filtrado correspondiente en la primera zona de lavado del primer filtro antes de introducirle en la primera zona de reacción.

25. 8.- Procedimiento para fabricar, por vía húmeda, ácido fosfórico concentrado, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria, e ilustrado en los dibujos adjuntos.

ME

000075

22 MAR 1972

- 30 -

Esta Memoria consta de 30 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

22 MAR. 1972

RHONE-PROGIL.

GÓMEZ ACEBO Y MODEY  
Firmado: E. Hernández Ruiz

ma

POOR QUALITY

L. GOMEZ ACEBO y MODER  
M. P. Fernandez F. Hernandez Ruiz

Madrid 22 MAR 1972

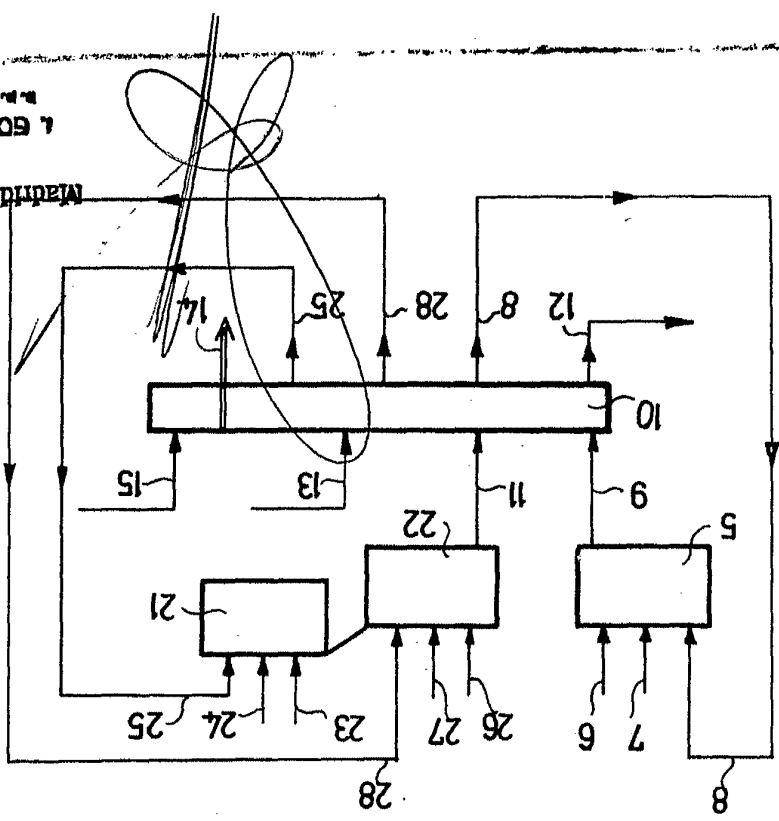


FIG. 2

ESCALA VARIABLE

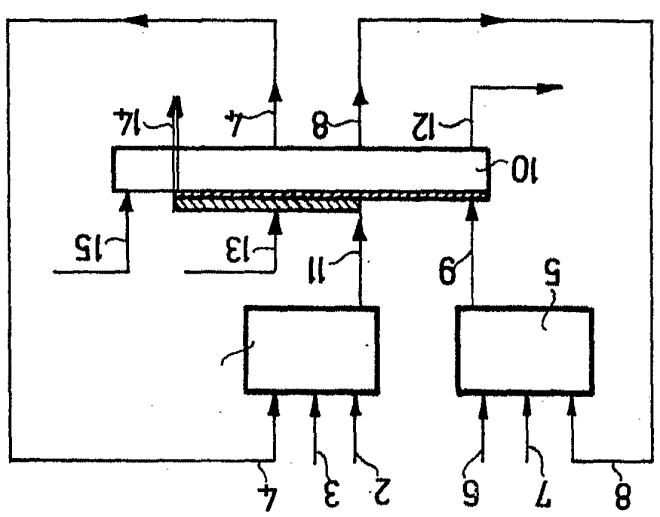


FIG. 1



1 10445-hoj 1

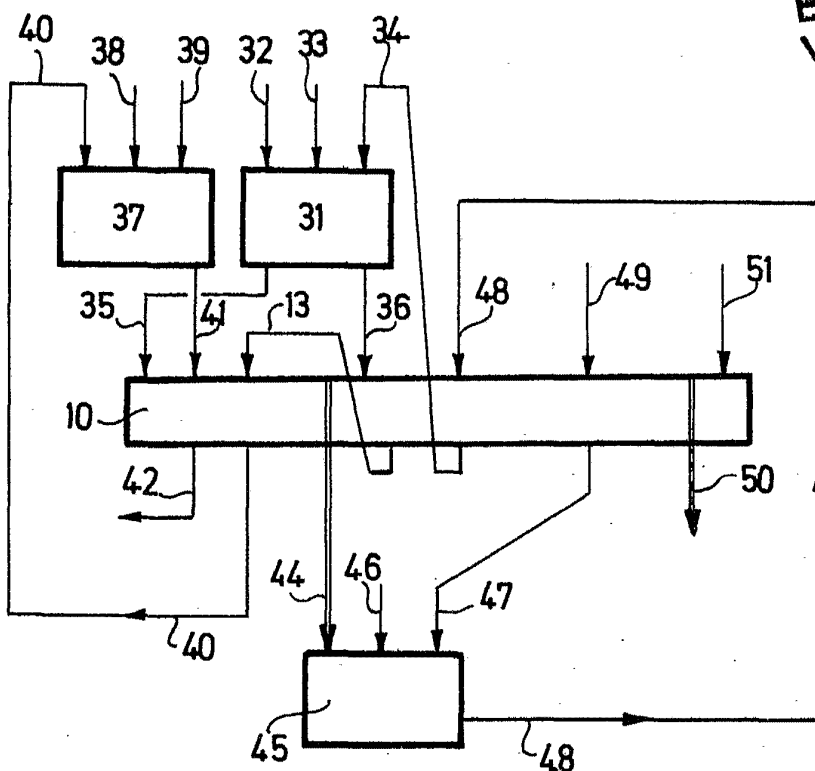
401081

10445-hoj 1



FIG. 3

ESCALA VARIABLE



Madrid 22 MAR 1972

A. GOMEZ ACEBO Y MODER  
n.º.º. Firmado: F. Hernández Ruiz

POOR  
QUALITY

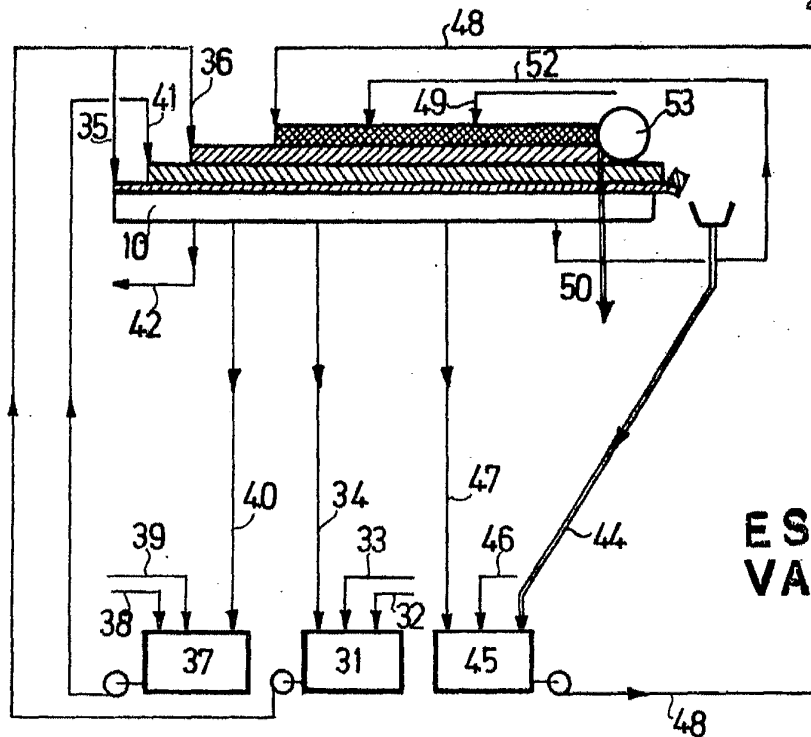
401081

3. 10. 1972



22 MAR 1972

FIG. 4



ESCALA VARIABLE

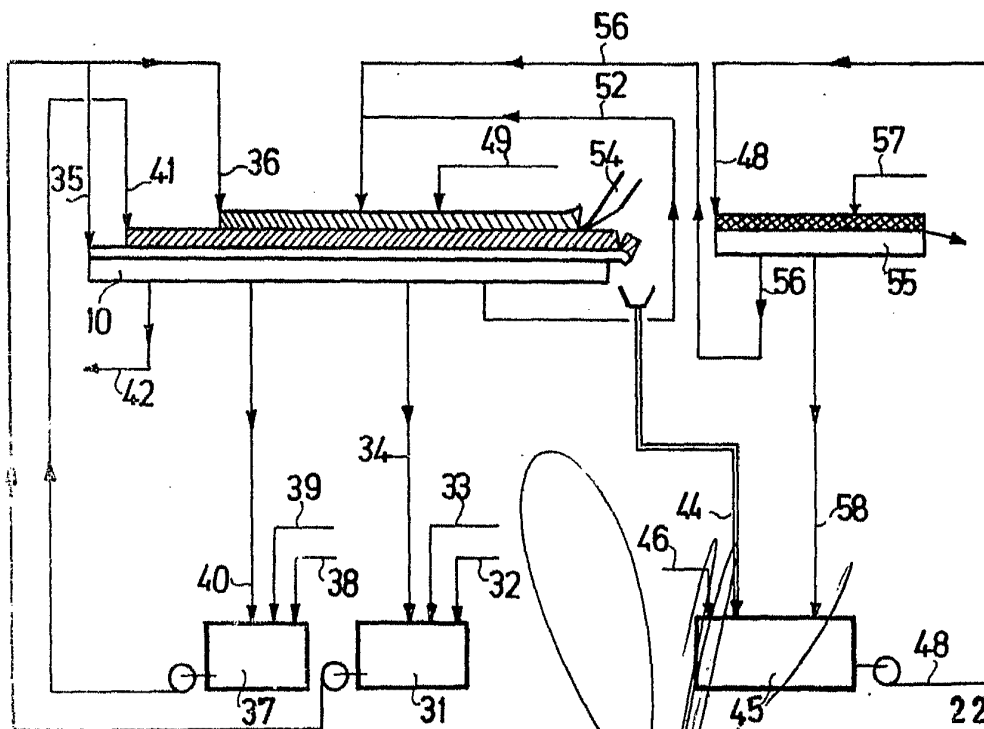


FIG. 5

22 MAR. 1972

Madrid

A. GOMEZ ACEBO Y MODER  
D. P. Firmados F. Hernández Ruiz

POOR QUALITY