

RB.

417776



417776

Int. Cl. <sup>2</sup> <u>e01B</u>

P A T E N T E   D E   I N V E N C I O N

a favor de

FORET, S.A., de nacionalidad española, domiciliada en  
calle Córcega, 293 - Barcelona -

por:

"Procedimiento para la purificación de ácido fosfórico  
obtenido por vía húmeda, por medio de un tratamiento  
químico".

-----oOo-----

M e m o r i a   d e s c r i p t i v a

La presente invención tiene por objeto un pro-  
cedimiento para la purificación del ácido fosfórico ob-

- 2 417776 = 1 AP



tenido por vía húmeda, esto es, procedente del ataque de roca fosfática (fosforita) con ácido sulfúrico.

Con la presente invención se consigue un ácido fosfórico con bajo contenido en:

5

a) Material orgánica.

10

b) Ión  $\text{SO}_4^{=}$ , con valores inferiores a 0,50% expresado como  $\text{H}_2\text{SO}_4$  y que significa la posibilidad de obtener fosfatos o polifosfatos, a partir de este ácido fosfórico purificado, con contenidos del 1 al 2% de  $\text{SO}_4\text{Na}_2$ .

15

c) Fluor y anhídrido silícico, lograndose con ello una perfecta filtración del líquido neutralizado y por tanto obteniendo un bajo contenido de impurezas en la calcinación de los fosfatos o polifosfatos. Los valores a que se logra reducir las concentraciones de  $\text{F}^-$  y  $\text{SiO}_2$  en el ácido son inferiores al 0,1% y 0,02: respectivamente.

20

El bajo contenido en fluor evita parcialmente la solubilización de las arcillas contenidas en el fosfato natural (fosforita) obteniendose por tanto un ácido fosfórico con bajo contenido en hierro y aluminio.

25

d) Ión  $\text{Ca}^{++}$ , con un contenido inferior al 0,2%.  
El ácido purificado resultante del proceso es esencialmente apto y adecuado para obtener fosfatos y polifosfatos de calidad técnica con contenidos en  $\text{P}_2\text{O}_5$  muy similares a los químicamente puros (se consigue obtener tripolifosfato sódico con conteni-

417776<sup>-1</sup>

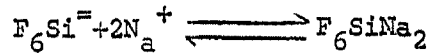
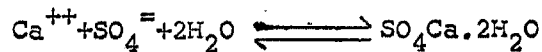


dos de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> de 57% ± 1%).

5 Por otra parte, y con el ácido fosfórico pu  
rificado mediante este proceso, se logran rendimientos  
del 95% en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, en los procesos de elaboración de fos  
fatos y polifosfatos alcalinos.

10 De acuerdo con el procedimiento de la inven  
ción el ácido fosfórico obtenido por vía húmeda (ataque  
de roca fosfática con ácido sulfúrico), que se obtiene  
normalmente a una concentración del 28 - 32% de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>,  
es tratado a una temperatura de reacción adecuada con  
cantidades controladas de roca fosfática finamente mo  
lida, sulfato cálcico e iones Na<sup>+</sup> (procedentes de una  
sal sódica soluble).

15 Las adiciones de los productos indicados ori  
ginan las siguientes reacciones principales:



20 Las reacciones indicadas originan una sus  
pensión de solidos compuestos por SO<sub>4</sub>Ca.2H<sub>2</sub>O, F<sub>6</sub>SiNa<sub>2</sub>,  
y pequeñas cantidades de PO<sub>4</sub>HCa.2H<sub>2</sub>O a distintas concen  
traciones. El contenido total de sólidos en suspensión  
debe oscilar entre 2 y 10%, de acuerdo con las concentra  
25 ciones iniciales en el ácido de los iones SO<sub>4</sub><sup>=</sup>, Ca<sup>++</sup>, F<sup>=</sup>  
y del anhídrido silícico.

La temperatura idónea a la cual tiene lugar  
el proceso es de 30<sup>±</sup> 5°C. También el proceso citado pue  
de tener lugar a mayores temperaturas que la indicada,



pero la efectividad del mismo disminuye a medida que la temperatura de trabajo aumenta.

5 Aunque el tamaño de los cristales formados según las reacciones anteriormente indicadas puede ser muy variado, se ha comprobado que la máxima efectividad del proceso se consigue cuando las partículas cristalinas citadas tienen un tamaño comprendido entre 20 y 200 micras.

10 Para una mejor comprensión de las particularidades del procedimiento de la presente patente, según la descripción que sigue, se hace referencia a un esquema de la instalación adecuada que viene representado en el dibujo adjunto.

15 El proceso operativo consta de las siguientes etapas:

a) En la misma planta de ataque de la fosforita (F) representada por -1-, se ajusta la acidez sulfurica del acido fosforico en el slurry del ataque o maduración, a un valor de  $1,4 \pm 0,2\%$  de  $SO_4H_2$ , pudiendo 20 se añadir en el mismo una parte o la totalidad del ión  $Na^+$  necesario, generalmente en forma de sosa caustica, carbonato sodico o sulfato sodico.

b) El acido fosforico obtenido en -1- se come 25 mete luego a filtración, generalmente por medio de un filtro rotativo -2-, y despues se hace pasar por un refrigerador -3- para enfriarlo a una temperatura de  $30 \pm 5^\circ C$ .

c) Se lleva luego a un tanque -4- donde se le adiciona ion calcio, preferiblemente en forma de



sulfato dihidratado  $\text{SO}_4\text{Ca} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , hasta conseguir en el  
acido fosforico un contenido de  $1,4 \pm 0,2\%$  de  $\text{SO}_4\text{H}_2$ , y  
al mismo tiempo puede añadirse en este tanque todo el  
 $\text{Na}^+$  necesario, o parte del mismo si en la etapa a) se  
5 ha efectuado una adición parcial, El  $\text{SO}_4\text{Ca} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  em-  
pleado en esta etapa puede ser de cualquier procedencia,  
pero resulta economicamente ventajoso utilizar parte  
del  $\text{SO}_4\text{Ca} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  que se obtiene como subproducto de la  
filtración del acido fosforico en el filtro -2-.

10 d) A continuación el slurry preparado en el  
tanque -4- se conduce, manteniendolo a la temperatura  
de  $30 \pm 5^\circ\text{C}$ , a un tanque inseminador -5-, en el cual se  
añade el resto de  $\text{Na}^+$ , si las anteriores adiciones no  
han sido completas, de manera que la cantidad total de  
15  $\text{Na}^+$  incorporada sea la precisa para la eliminación del  
fluor y del anhídrido silicico.

Para conseguir una perfecta inseminación es  
necesario que la papilla se mantenga en suspensión y  
que las particulas solidas de la misma se mezclen con  
20 relativa violencia, con cuyo fin, dicho tanque -5- es  
ta provisto de medios de agitación energica, los cua-  
les pueden consistir en un sistema agitador mecanico,  
como palas o helices -6- accionadas por el correspondien  
te motor -7- un dispositivo insuflador de aire -8- un  
25 sistema de recirculación por medio de bombas -9-, o  
por combinaciones de varios de estos sistemas.

Al cabo de unas ocho horas empieza a pro-  
ducirse la inseminación, prolongandose la operación  
durante un tiempo más o menos largo según los casos,

- 6 417776 -



por ejemplo 24 horas debiendose tener en cuenta que la efectividad sera tanto mayor cuanto mas largo sea el tiempo de permanencia de la papilla en dicho tanque -5-.

5                   La maxima efectividad se alcanza cuando el tamaño de las particulas solidas en suspensión esta comprendido entre 20 y 200 micras. La consecución de este tamaño de particulas depende tanto de la temperatura de la operación, como de la concentración  
10 de los solidos que, como se ha dicho, debe oscilar entre el 2 y el 10% y en general en la proporción necesaria para alcanzar la sobresaturación.

15                   c) Terminada la inseminación, se procede a la separación de los lodos y del acido fosforico purificado, lo cual puede llevarse a cabo por diversos procedimientos, por ejemplo, por filtración o centrifugación, pero preferiblemente se efectua por decantación simple o por decantación ayudada por floculantes adecuados, en cuyo caso el floculante -10- se añ  
20 dira a la papilla en un deposito -11- de cuya parte superior se retirará por -12- el acido fosforico purificado, mientras de la parte inferior -13- se retiraran los lodos, que podran someterse a una posterior filtración y lavado para recuperar el acido fosforico  
25 contenido en ellos.

-----oOo-----



N O T A  
=====

Se reivindica como objeto de esta patente:

1.- Procedimiento para la purificación del  
 acido fosforico obtenido por via humeda, por medio  
 5 de un tratamiento quimico, caracterizado porque el  
 acido fosforico de via humeda, despues de filtrado y  
 enfriado, se trata con roca fosfatica (fosforita) fi  
 namente pulverizada con sulfato calcico dihidratado  
 hasta conseguir un contenido de  $1,4 \pm 0,2\%$  de  $SO_4H_2$ ,  
 10 y con iones sodio procedentes de una sal soluble en  
 la cantidad precisa para eliminar el fluor y el anhi  
 drico silicico con formación de fluosilicato sodico;  
 se mantiene una suspensión a sobresaturación de soli  
 dos formados por sulfato calcico dihidratado, fluosi  
 15 licato sodico y pequeñas cantidades de fosfato monocal  
 cico dihidratado, durante un tiempo variable a partir  
 de un minimo de ocho horas, mediante una agitación vio  
 lenta; y se procede por ultimo a la separación del aci  
 do fosforico purificado y de los lodos, con eventual  
 20 recuperación del acido fosforico contenido en los mis  
 mos.

2.- Procedimiento según la reivindicación  
 anterior, caracterizado porque se regulan las condico  
 nes fisicoquimicas de la operación de tal manera que  
 25 el tamaño de particula de las materias solidas en sus  
 pensión quede comprendido entre 20 y 200 micras.

*me*

3.- Procedimiento según las reivindicacio-



nes anteriores, caracterizado porque la proporción de solidos en la suspensión oscila entre 2% y 10%.

5 4.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el ácido fosforico se enfria previamente a la temperatura de 30<sup>±</sup>5°C y se mantiene a esta temperatura durante el tratamiento.

10 5.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el sulfato calcico dihidratado empleado esta constituido por parte del obtenido como subproducto en la operación previa de filtración del ácido fosforico de via humeda.

6.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por mantener los solidos en suspensión por la acción de medios mecanicos de agitación.

15 7.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la suspensión de los solidos se mantiene por acción neumatica mediante insuflación de aire en la suspensión.

20 8.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por mantener la suspensión de los solidos efectuando la recirculación de la misma mediante bombas.

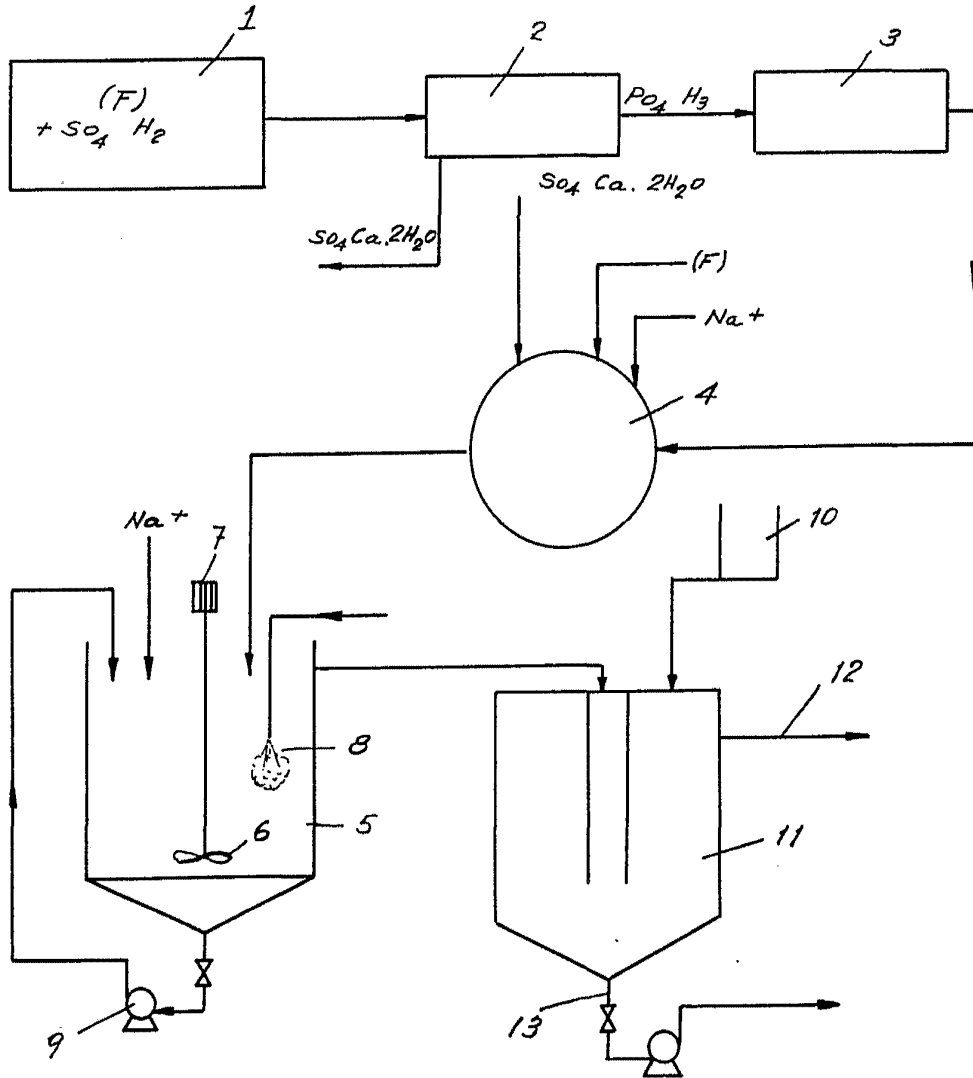
25 9.- Procedimiento para la purificación del ácido fosfórico obtenido por vía húmeda, por medio de un tratamiento químico.

Esta memoria consta de ocho hojas escritas por una sola cara.

*me*

BARCELONA, 1 de Agosto de 1973  
E.A.  
*[Handwritten Signature]*

417776



FOR AUTORIZACION  
L