

431.984

3

1984

| | |
|-----------|------|
| Int. Cl.: | C01B |
|-----------|------|

PATENTE DE INVENCION

Docket N° 432-179

Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR ACIDO FOSFORICO POR VIA HUMEDA.

Solicitante: DAVY POWERGAS INC., entidad norteamericana, residente en New Hulberry Highway, Lakeland, Florida, EE. UU. de A.

5 Esta invención se relaciona con la fabricación de ácido fosfórico por vía húmeda. Mas particularmente se relaciona con aquella porción del procedimiento por vía húmeda de la fabricación de ácido fosfórico, desde la molienda de la roca de fosfato hasta la filtración de

la suspensión espesa producida procedente del tanque de ataque.

La fabricación de ácido fosfórico por vía húmeda comprende hacer reaccionar la roca de fosfato con ácido sulfúrico para rendir sulfato de calcio y ácido fosfórico. Mediante la presente invención se proporciona una combinación única y una secuencia de pasos en el procedimiento que sirve para que el procedimiento sea más eficiente y económico de lo que ha sido hasta ahora. Las etapas involucradas son:

(I) moler una suspensión espesa acuosa de la roca de fosfato que contiene por lo menos 20% en peso aproximadamente de agua, suficientemente a fin de que la roca de fosfato pase a través de un tamiz de malla 30 (Tyler);

(II) hacer pasar la suspensión espesa de la roca molida a un tanque de ataque y, en el mismo, ponerla en contacto y hacerla reaccionar con ácido sulfúrico diluido que se obtiene de la etapa (VI), para obtener una suspensión espesa de sulfato de calcio hidratado cristalino en ácido fosfórico;

(III) separar la suspensión espesa producida del tanque de ataque;

(IV) someter la suspensión espesa producida a una etapa de separación mediante lo cual el sulfato de calcio hidratado cristalino se separa del ácido fosfórico;

(V) lavar con agua el sulfato de calcio separado;

(VI) mezclar el agua de lavado agotada del sulfato de calcio con ácido sulfúrico concentrado para obtener ácido sulfúrico diluido; y

(VII) hacer pasar el ácido sulfúrico diluido a la etapa (II) anterior.

En una modalidad preferida, un agente tensioactivo tal como un desespumante puede añadirse a la suspensión espesa de roca molida que se obtiene en la etapa (I) anterior, a fin de producir las propiedades de bombeo ventajosas en la suspensión espesa, particularmente cuando se usa una suspensión espesa de bajo contenido en agua, v.gr., de 20 a 22% de agua aproximadamente.

En otra modalidad preferida, la suspensión espesa se hace pasar hacia un tanque de ataque, tal como en la etapa (II) anterior, a través de una tubería de rebose de carga constante, desde donde se controla la velocidad de flujo con una válvula de control.

En el método de esta invención, la molienda de la suspensión espesa de roca de fosfato, puede llevarse a cabo en un aparato convencional, tal como en un molino de bolas, un molino de varillas, un molino de rodillos o un molino de jaula. El objeto de la molienda es aumentar la superficie de la roca y, de esta manera, proporcionar una reacción más rápida y más completa de la roca con el ácido sulfúrico.

Como se ha manifestado en lo que antecede, el grado de la molienda con preferencia es suficiente para que la roca triturada pase a través de un tamiz de malla 30 (Tyler). Puede también usarse una molienda más fina, v.gr., para que pase a través de un tamiz de malla 50, y puede preferirse en algunos casos. Con preferencia hay presente agua suficiente en la suspensión espesa en el molino para hacer que la solución espesa sea capaz de bombearse. Esta cantidad será usualmente de por lo menos 20 ó 22%, basado en el peso de la suspensión espesa. Se incluye en esta cifra una cantidad de agua que usualmente no es mayor al 30% en peso,

digamos de 8 a 12% en peso, de la que está presente en la roca sin moler como es recibida de la mina. Por lo general, se considera como desperdicio el que haya más de 35% en peso aproximadamente, de agua en la solución espesa, siendo la escala del contenido en agua más ventajosa, durante la operación de molienda, la de aproximadamente 28 ó 30 a 35%.

Se prefiere por lo general agua fresca para usarse en la operación de molienda; sin embargo, puede usarse, si se desea, agua de un estanque de yeso que contiene hasta 2% de P_2O_5 . Si se usa el agua del estanque, es conveniente tomar precauciones contra la corrosión en el molino, por ejemplo usando un molino forrado con caucho y bolas no corroibles.

El uso de la molienda en húmedo en vez de en seco, proporciona varias ventajas para el procedimiento de la presente invención: elimina grandemente la contaminación de polvos; el secado de la roca se elimina; el transporte de la suspensión espesa resultante es más fácil que el transporte de la roca seca; y el suministro regulado de la cantidad deseada de la roca molida hacia el tanque de ataque se efectúa más exactamente y de manera más segura, cuando la roca está en forma de suspensión espesa.

Después de molerse, la suspensión espesa se hace pasar hacia el tanque de ataque desde el aparato de molienda y puede primero someterse a clasificación en tamiz para asegurarse de que la roca de fosfato en la suspensión espesa, pasará especialmente a través de un tamiz de malla 30 (Tyler). La suspensión espesa puede hacerse pasar desde el aparato de molienda, con o sin clasificación en tamiz, hacia el tanque de ataque, mediante cualquier método de transporte conocido. Se prefiere particularmente una disposición

de tubería de rebose de carga constante que incluye una válvula de control para el control de la velocidad de flujo.

5 Como se ha mencionado antes, algunas veces puede ser ventajoso añadir a la suspensión espesa de roca molida, ya sea antes o después de que salga del molino, un agente tensioactivo que mejorará la capacidad de bombeo de la suspensión espesa. El agente tensioactivo puede ser inorgánico u orgánico, y si es de este último tipo puede ser aniónico, catiónico, no iónico o anfotérico. Como ejemplos de agentes tensioactivos orgánicos apropiados, se pueden mencionar grasas y aceites naturales sulfonados, tales como aceite de resina, así como sus ácidos sulfonados. Como ejemplos de los agentes tensioactivos inorgánicos apropiados se pueden mencionar los fosfatos de metal alcalino, tales como tripolifosfato de sodio.

10 Puede ser doblemente ventajoso seleccionar un agente tensioactivo que sirva también para inhibir la formación de espuma en el tanque de ataque. Como ejemplos de dichos agentes tensioactivos inhibidores de la formación de espuma, se pueden mencionar "Sul-Fon-ate OA-5" (fabricado por Tenneco), "Hess, D-501" (fabricado por Hess Oil), "Hodag PH96E (fabricado por Hodag Chemical), "AZ-10W" (fabricado por A-Z Products), "Arizona 302" (fabricado por Arizona Chemical), "Bronoco, 202" (fabricado por Bronoco Solvents and Chemicals Co.), "Drew Liquid Despumante 913 BL" (fabricado por Drew Chemical Corporation), "Aceite de Resina Sulfatado" (fabricado por Union Bogcampo Paper Corp.), "Betz Fórmula XL-117" (fabricado por Betz Laboratories, Inc.) y "Shell P5T" (fabricado por Shell), todos los cuales son principalmente aceites de resina y ácidos grasos sulfonados.

La cantidad del agente tensioactivo que va a usarse dependerá del nivel de sólidos en la suspensión espesa, de la identidad química del agente específico empleado, etc. Por lo general, sin embargo, será satisfactorio usar aproximadamente hasta 3,178 kilogramos del agente tensioactivo por tonelada de roca (sobre una base en seco), v.gr., de aproximadamente 0,454 a 2,270 kilogramos por tonelada de roca.

La suspensión espesa de roca molida que se hace pasar hacia el tanque de ataque, se mezcla y se hace reaccionar con ácido sulfúrico. La concentración deseada del ácido sulfúrico se determina mediante la concentración deseada del ácido fosfórico que se obtiene del tanque de ataque. Por lo general, es deseable obtener un ácido fosfórico que tiene un valor P_2O_5 de por lo menos aproximadamente 25, de preferencia aproximadamente 28 a 32% en peso que por lo general requerirá el uso de ácido sulfúrico que tiene una concentración de por lo menos aproximadamente 90%, con preferencia aproximadamente 92 a 98%. En comparación con los procedimientos que introducen roca seca en el tanque de ataque y mezclan la misma con ácido sulfúrico relativamente diluido, el procedimiento de la presente invención ofrece una gran ventaja ya que el costo de secar la roca para separar la humedad que contiene cuando sale de la mina, se evita de esta manera. Este factor sólo puede representar un ahorro de aproximadamente 30 a 60 pts. por tonelada de roca de fosfato usada.

El ácido sulfúrico que se introduce en el tanque de ataque, es un ácido que se ha diluido hasta cierto grado habiéndose premezclado con agua de lavar agotada del agua

para lavar los cristales de sulfato de calcio que se obtienen de una suspensión espesa producida anterior desde el tanque de ataque. Este premezclado del ácido sulfúrico relativamente concentrado con el agua de lavado agotado del sulfato de calcio, proporciona una ventaja considerable con respecto a los procedimientos en donde el ácido sulfúrico concentrado y el agua de lavado recirculado, se introducen separadamente en el tanque de ataque, ya que el último método dará por resultado una concentración excesivamente elevada del ión sulfato en la proximidad del punto de entrada del ácido sulfúrico concentrado, ocasionando que las partículas de la roca de fosfato en esa proximidad se revistan con yeso y, de esta manera, sean menos accesibles al ataque deseado mediante el ácido sulfúrico.

Por lo tanto, se verá que el contenido en agua en la suspensión espesa del tanque de ataque, se suministra esencialmente mediante tres ingredientes: la suspensión espesa de roca desde el molino, la materia prima de ácido sulfúrico concentrado y el agua de lavado agotado de sulfato de calcio. De la cantidad total de agua en el tanque de ataque, usualmente no más del 5%, digamos de 1 a 5%, se suministra mediante el ácido sulfúrico concentrado; de aproximadamente 15 a 35% se suministra por lo general mediante la suspensión espesa de roca molida; y de aproximadamente 60 a 85% se suministra mediante el agua de lavado recirculado.

La separación de los cristales de sulfato de calcio hidratado del agua madre de ácido fosfórico, puede lograrse de manera convencional, por ejemplo mediante filtración en un filtro de vacío de bandeja inclinada. Los cristales separados se lavan luego con agua, con preferencia 2 ó 3

5 veces y con preferencia en contracorriente, a fin de recuperar el ácido fosfórico que se ha adherido a los mismos. El agua de lavado agotado por lo general tendrá un valor P_2O_5 de aproximadamente 15 a 25, frecuentemente de aproximadamente 20 a 23% en peso. El sulfato de calcio lavado, o yeso, se descarga como material de desperdicio.

10 El mezclado del agua de lavado agotado de sulfato de calcio con el ácido sulfúrico concentrado, se logra en cualquier dispositivo mezclador apropiado por ejemplo un mezclador "T".

La invención se comprenderá mejor, tomando en cuenta el siguiente ejemplo y el dibujo anexo.

Ejemplo

15 El dibujo anexo es un diagrama de flujos que ilustra un procedimiento para producir ácido fosfórico de 30% de P_2O_5 mediante el método de la presente invención. Haciendo referencia al dibujo, la roca de fosfato tal y como se extrae de la mina por lo general es de un tamaño de diámetro de aproximadamente 1,27 centímetros y que comprende aproximadamente 8 a 12% en peso de agua, se introduce en el depósito de roca húmeda 10. La roca se suministra luego desde el depósito de roca húmeda al molino de bolas 14, a través del transportador de correa 12. Como una modificación, 25 la planta puede emplear alternativamente un alimentador giratorio en vez del transportador de correa.

30 Se suministra agua fresca al molino de bolas 14 a través de la línea de entrada 26 en una cantidad suficiente para proporcionar un contenido en agua total en la suspensión espesa retirada del molino de bolas, de aproximadamente 30

a 35% en peso. Un agente tensioactivo, que es eficaz para aumentar la capacidad de bombeo de la suspensión espesa en el molino de bolas y para inhibir la formación de espuma en el tanque de ataque, se añade al molino de bolas a través de la línea 28.. La molienda se lleva a cabo durante un período de tiempo suficiente para reducir el tamaño de la partícula de la roca de fosfato de manera que la mayoría de la misma pase a través de un tamiz de malla 30 (Tyler).

La suspensión espesa efluente del molino de bolas húmedo se retira a través de la línea 30 y se bombea mediante la bomba 16 hacia el clasificador de tamiz 18. El clasificador de tamiz separa las partículas de malla + 30 (residuos de la suspensión espesa, y los residuos se hacen recircular a través de la línea 32 hacia el molino de bolas número 14, para una trituración adicional.

La suspensión espesa de tamaño correcto (siendo por lo menos el 99,5% de los sólidos de malla - 30) se hace pasar desde el clasificador de tamiz 18, a través de la línea 34, hacia el tanque de compensación 20. El tanque de compensación 20 está agitado y forrado con caucho. La suspensión espesa se retira del tanque de compensación a través de la línea 36 y se hace pasar a través de un medidor 22. El medidor está en comunicación con la bomba de velocidad variable 24 que regula el régimen de adición de agua, v.gr., agua del estanque, a través de la línea 38 hacia el tanque de compensación para que la suspensión espesa tenga un contenido en agua de 35% en peso en la línea 40.

La suspensión espesa en la línea 40 se hace pasar, a través de la bomba 26 y línea 64, hacia la tubería de rebose de carga constante 66. La suspensión espesa de rebose

5 es reciclada desde la tubería de rebose 66 hacia el tanque de compensación 20 a través de la línea 68. La suspensión espesa se suministra de manera regulada desde la tubería de rebose 66, a través de la válvula de control 70 y línea 42, hacia el tanque de ataque 44, en donde se pone en contacto y se hace reaccionar con ácido sulfúrico que tiene una concentración de aproximadamente 28% que se suministra hacia el tanque de ataque a través de la línea 46. El tiempo de residencia en el tanque de ataque es de 6 horas aproximadamente.

10

Aproximadamente el 30% del agua total en el tanque de ataque 44, viene de la suspensión espesa introducida a través de la línea 42 y el resto viene esencialmente del ácido sulfúrico introducido a través de la línea 46.

15 A medida que la reacción continúa en el tanque de ataque, se forman cristales de sulfato de calcio hidratado en la mezcla de reacción. La mezcla de reacción se retira del tanque de ataque 44, a través de la línea 50 y se conduce hacia el filtro 48 (v.gr., un filtro de Prayon) para la separación de los cristales del ácido fosfórico producido.

20 El filtrado de ácido fosfórico que tiene una concentración de H_3PO_4 de aproximadamente 41% en peso (igual a 30% de P_2O_5), y un contenido en H_2O de aproximadamente 55% y que contiene aproximadamente 4% de impurezas, se extrae del sistema a través de la línea 52. Si se desea, el filtrado puede conducirse hacia una etapa de evaporación (no ilustrada) en donde puede concentrarse, digamos a una concentración de aproximadamente 52% de P_2O_5 .

25

30 Los cristales de sulfato de calcio hidratado en el filtro 48 se lavan tres veces, en contracorriente, con el

5 agua suministrada a través de la tubería 53 y se hacen pasar por las tuberías 54 y 55, a fin de recuperar el ácido fosfórico que se adhiere a los mismos y luego se retiran del procedimiento a través de la línea 62, como un material de desperdicio de yeso. El agua de lavado agotado, que tiene una concentración de P_2O_5 de aproximadamente 22%, se conduce a través de la línea 56 hacia una mezcladora "T" 58. En la mezcladora "T" 58 el agua de lavado agotado del sulfato de calcio se mezcla con ácido sulfúrico que tiene una concentración de aproximadamente 93% que se suministra por medio de la línea 60 para proporcionar el ácido sulfúrico al 28%, que se conduce hacia el tanque de ataque 44 a través de la línea 46. Del agua total en el tanque de ataque, aproximadamente el 3% viene del ácido sulfúrico concentrado de la línea 60 y aproximadamente el 67% viene del agua de lavado agotada suministrado por la línea 56.

N O T A

20 Descrita suficientemente la naturaleza del invento así como la manera de realizarlo 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
25 constar que el invento corresponde a una solicitud de Patente presentada en los EE.UU. de A. con el número 416.647 de 16 de noviembre de 1973, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20

años en España, sobre : PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR ACIDO FOSFORICO POR VIA HUMEDA ; caracterizándose por lo siguiente:

5 1.- Procedimiento para producir ácido fosfórico por vía húmeda, a partir de roca de fosfato, caracterizado porque comprende las etapas de:

10 (I) moler una suspensión espesa acuosa de roca de fosfato que contiene por lo menos 20% en peso de agua aproximadamente, de manera suficiente para que la roca de fosfato pase a través de un tamiz de malla 30 (Tyler);

15 (II) hacer pasar la suspensión espesa de la roca molida hacia un tanque de ataque y, en el mismo, poner en contacto y hacer reaccionar la suspensión espesa con ácido sulfúrico diluido que se obtiene de la etapa (VI), para obtener una suspensión espesa del producto de sulfato de calcio hidratado cristalino en ácido fosfórico;

(III) separar la suspensión espesa producida del tanque de ataque;

20 (IV) someter la suspensión espesa producida a una etapa de separación, mediante el cual el sulfato de calcio hidratado cristalino se separa del ácido fosfórico;

(V) lavar con agua el sulfato de calcio separado;

25 (VI) mezclar el agua de lavado agotada de sulfato de calcio con ácido sulfúrico concentrado para obtener ácido sulfúrico diluido; y

(VII) hacer pasar el ácido sulfúrico diluido a la etapa (II) anterior.

30 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la suspensión espesa de roca molida se hace pasar hacia el tanque de ataque a través de una tubería de

rebose de carga constante desde donde se controla la velocidad de flujo con una válvula de control.

5 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se añade un agente tensioactivo a la suspensión espesa de roca en la etapa (I) en una cantidad suficiente para aumentar la capacidad de bombeo de la suspensión espesa de roca molida.

10 4.- Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado porque el agente tensioactivo también es eficaz como inhibidor de formación de espuma en el tanque de ataque en la etapa (II).

15 5.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque hay presente una cantidad suficiente de agua en el tanque de ataque en la etapa (II) para obtener ácido fosfórico que tiene un valor P_2O_5 de aproximadamente 25 a 32% en peso.

20 6.- Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado porque el ácido sulfúrico concentrado usado en la etapa (VI) tiene una concentración de por lo menos 90% aproximadamente.

25 7.- Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque del agua total presente en el tanque de ataque en la etapa (II), aproximadamente 60 a 85% se proporciona mediante el agua de lavado de sulfato de calcio, aproximadamente 15 a 35% se proporciona mediante la suspensión espesa de la roca de fosfato molida y hasta aproximadamente 5% se suministra mediante el ácido sulfúrico concentrado.

30 8.- Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado porque la suspensión espesa de roca de fosfato de la etapa (I) contiene de 22 a 35% en peso de agua aproxima-

damente.

5 9.- Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque el agua de lavado del sulfato de calcio que se usa en la etapa (VI) tiene un valor P_2O_5 de 15 a 25% en peso aproximadamente.

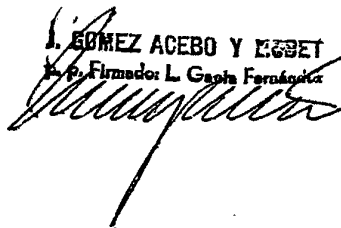
10.- Procedimiento para producir ácido fosfórico por vía húmeda, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria e ilustrado en los dibujos adjuntos.

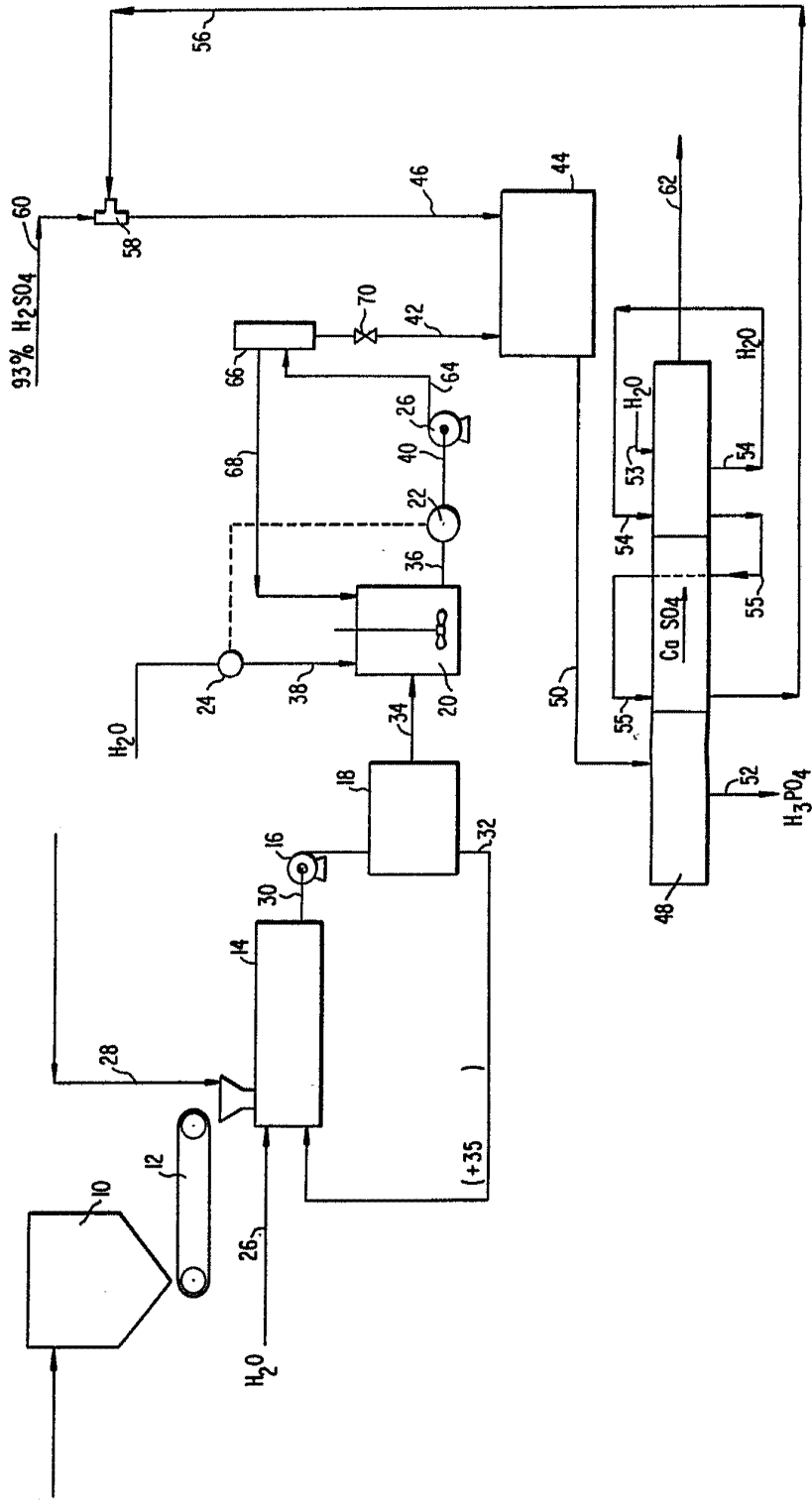
10 Esta Memoria consta de 14 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 15 NOV. 1974

DAVY POWERGAS INC.

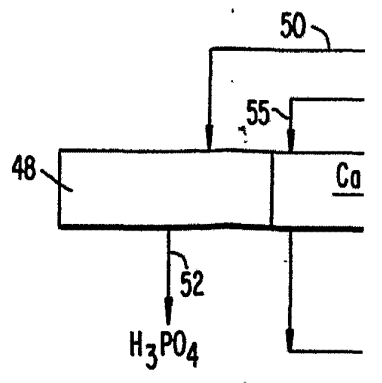
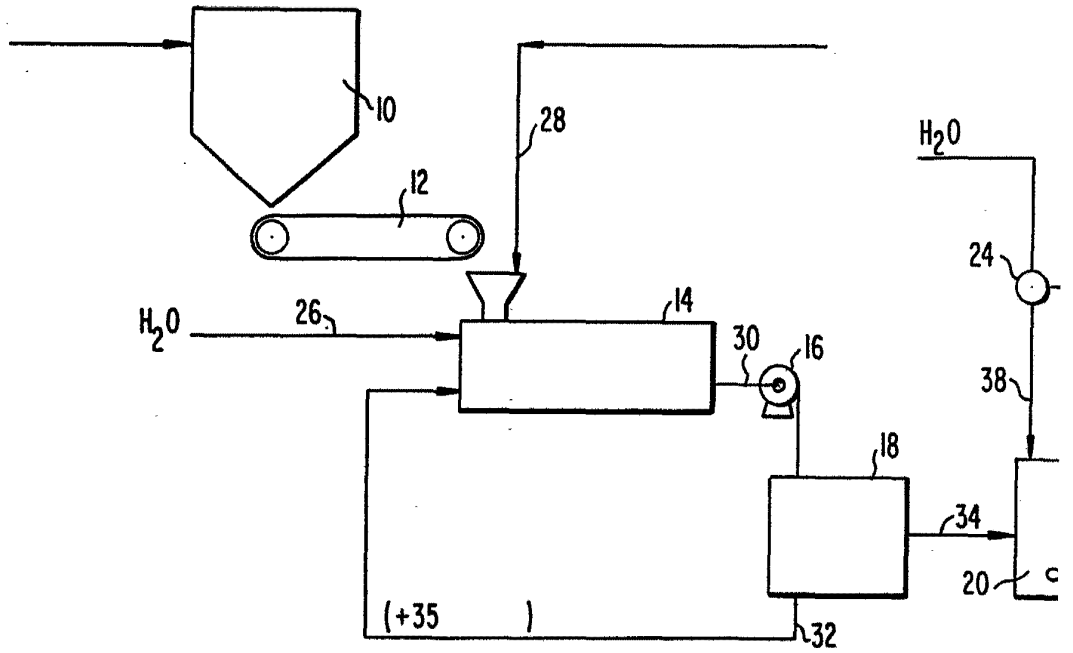
J. GÓMEZ ACEBO Y ESSET
E. P. Firmado: L. Gaito Fernández

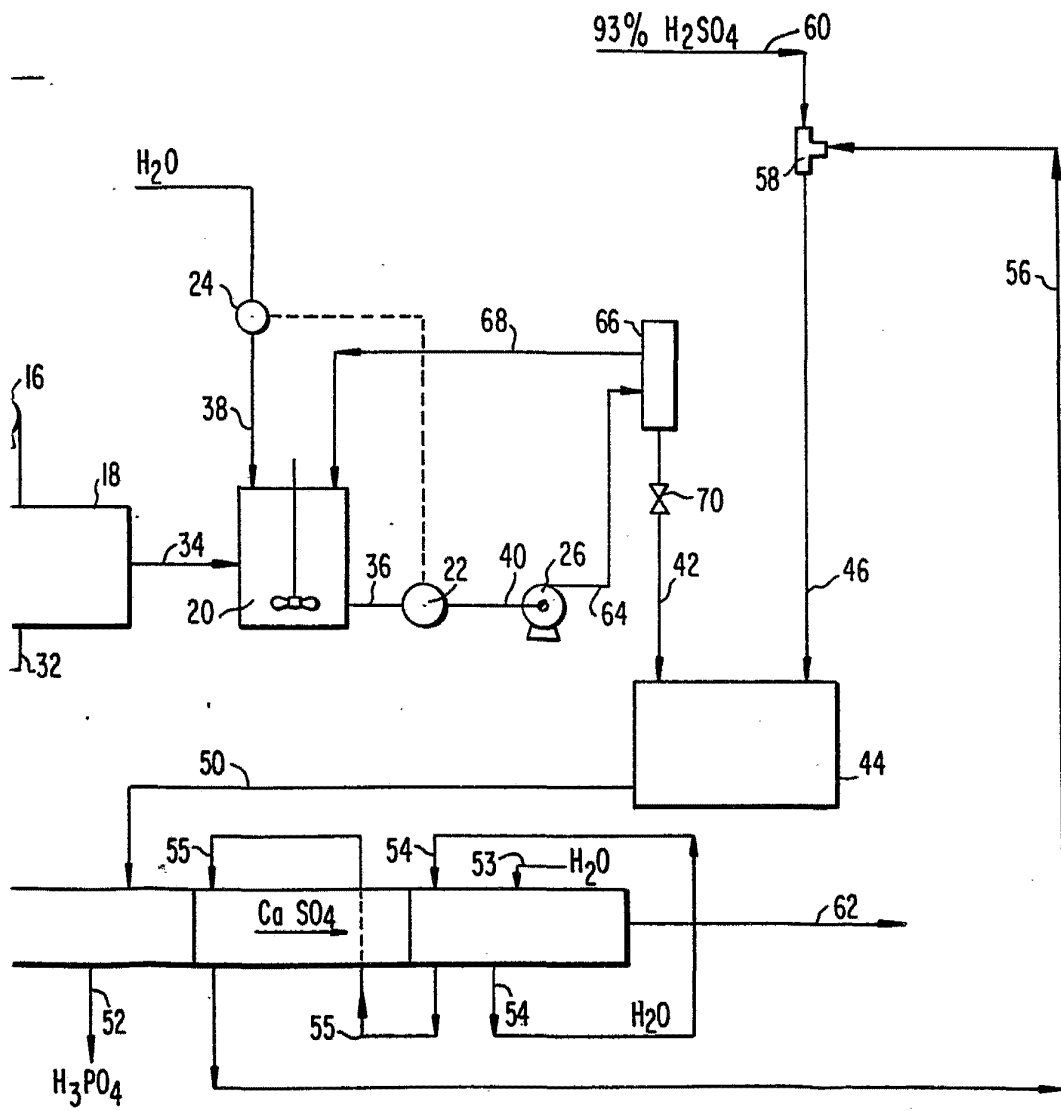




15 NOV 1974

[Illegible handwritten text]





ESCALA
VARIABLE

15 NOV. 1974

Ingeniero
I. GOMEZ ACEDO Y SOJEL
Instituto de Ingenieros Químicos de Chile

[Handwritten signature]