



26 FEB 1975

433609

P.- 59.466

60262/72

DLR/TIPD/7

CLASE COIB 9/08, BOLD

MEMORIA DESCRIPTIVA
PARA SOLICITAR
PATENTE DE INVENCION

a nombre de FISONS LIMITED,
entidad británica,
establecida en Fison House, 9 Grosvenor Street, Londres,
Inglaterra,

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA RECUPERAR COMPUESTOS DE FLUORURO
DE SILICIO".
(Clase Internacional COIB)

RECEIVED
FEB 26 1975
BOTA

POOR
QUALITY

26 FEB 1975

La presente invención se refiere a un método y a un dispositivo para recuperar compuestos de flúor a partir de vapores que los contienen, particularmente de vapores que contienen tetrafluoruro de silicio contaminado con pequeñas gotas de otros materiales.

Durante la concentración de ácido fosfórico producido por la acidificación de mineral de fosfato se desprenden vapores que contienen vapor de agua, HF y SiF_4 . Se acostumbra recuperar estos vapores, o bien condensando la totalidad de los vapores, en cuyo caso el condensado es H_2SiF_6 acuoso diluido, o bien extrayendo los vapores por lavado con soluciones de H_2SiF_6 , en condiciones tales que se absorben los compuestos de flúor, pero la mayor parte del vapor de agua no se condensa. Se recupera una solución comparativamente concentrada de H_2SiF_6 , que puede venderse como subproducto valioso. No obstante, en ambos casos la solución está contaminada con P_2O_5 que ha sido arrastrado del evaporador en forma de gotitas finas en los vapores.

Se ha encontrado ahora que la contaminación con P_2O_5 en la solución de H_2SiF_6 puede reducirse usando una torre de lavado modificada.

Por consiguiente, la presente invención se refiere a un procedimiento para recuperar compuestos de fluoruro de silicio a partir de vapores que los contienen en mezcla con gotitas de impurezas contaminantes, procedimiento que

26 FEB 1975

comprende hacer pasar los vapores a través de un separador por impacto provisto de un relleno, en el que las gotitas se eliminan por contacto con el relleno del separador; y después tratar los vapores, sustancialmente exentos de gotitas, para recuperar de los mismos el contenido útil de flúor.

El procedimiento de la invención es aplicable a la recuperación de compuestos de fluoruro de silicio a partir de una variedad de fuentes, y puede usarse, por ejemplo, para recuperar HF, SiF₄ y H₂SiF₆ de los vapores generados durante la evaporación de soluciones acuosas impuras de H₂SiF₆, por ejemplo la solución obtenida por lavado los vapores procedentes de un evaporador de ácido fosfórico empleando técnicas convencionales. La invención es de aplicación especial a la extracción de gotitas de P₂O₅ de los vapores generados durante la evaporación de ácido fosfórico, y por conveniencia, la invención se describirá con relación a este aspecto preferido. Si se tienen que tratar vapores procedentes de otras fuentes, las impurezas separadas en el separador por impacto pueden ser diferentes, y las condiciones precisas de trabajo pueden ser distintas, pero el procedimiento será siempre esencialmente el mismo que el que se describe a continuación.

Los vapores a tratar se hacen pasar a través de un separador por impacto, que consta de un recipiente, por ejemplo un recipiente cilíndrico, que contiene un re-

26 FEB 1975

lleno fluidizable. Las gotitas de contaminantes inciden sobre el relleno del separador. Los vapores exentos de gotas pasan después para ser sometidos a posterior tratamiento. Una forma de relleno preferida para uso en la presente invención es una masa de bolas hechas de plástico u otro material inerte. El paso de la corriente de vapores a través del separador fluidiza el relleno de bolas del interior del separador, haciendo mínima así la caída de presión a través del separador. Se prefiere particularmente el empleo de bolas de polietileno o polipropileno. Si se desea, la superficie superior del lecho fluidizado del relleno puede delimitarse, por una rejilla limitadora o una placa con aberturas.

Para ayudar a la retirada de las gotitas del relleno, se prefiere lavar la superficie del relleno, por ejemplo pulverizando solución de H_2SiF_6 sobre el relleno desde arriba. Es deseable que el ácido fluorosilícico acuoso contenga más de 30%, por ejemplo 40 a 70%, en peso de H_2SiF_6 .

Se prefiere hacer trabajar el separador por impacto a una temperatura elevada y/o a una presión reducida, para hacer mínima la condensación del vapor de agua. Será habitual usar temperaturas en el intervalo de 35 a 85°C y presiones de 50 a 100 mm. de Hg manométricos.

Después de atravesar el separador por impacto, los vapores se tratan para recuperar el contenido útil de flúor

25

19.2.75

26 FEB 1975

de ellos. Esto puede hacerse de varias maneras. Así, por ejemplo, los vapores pueden lavarse con un líquido que absorbe compuestos de flúor, por ejemplo ácido fluorosilícico acuoso diluido que contiene menos de 30% de H_2SiF_6 , o una solución acuosa de un álcali o de un fluoruro de metal alcalino o alcalinotérreo, tal como fluoruro de aluminio.

En una forma de trabajo particularmente preferida, el separador por impacto forma la sección de base de una torre de lavado. La invención se describirá ahora a modo de ejemplo, sólo con respecto al esquema de conjunto esquemático anejo, en términos de esta forma particularmente preferida.

Se generan vapores que contienen HF , SiF_4 , vapor de agua y gotitas de P_2O_5 en agua, en el evaporador de ácido fosfórico 1, que se hace trabajar a una presión de aproximadamente 75 mm de Hg manométricos, y a una temperatura de 80°C. Se introduce ácido fosfórico diluido (con 30% de P_2O_5) de alimentación en el circuito de evaporación de ácido en A, se hace circular con ácido ya concentrado a través del cambiador de calor 2, donde se calienta, y vuelve al evaporador 1, en el que se generan los vapores. Por B se retira ácido fosfórico concentrado (con aproximadamente 50% de P_2O_5).

Los vapores pasan a una columna lavadora 3 del separador, que también se hace trabajar a presión reducida. Las placas 4 y 5 son rejillas de retención transversales que

26 FEB. 1975

definen un espacio relleno con un lecho 6 de bolas de polietileno. Por encima de la rejilla 5 hay una boquilla 7 central de pulverización de líquido, aunque podría usarse una pluralidad, por ejemplo 2 o más, de boquillas de pulverización para conseguir una distribución más uniforme de la pulverización. Por encima de la boquilla 7 de pulverización hay una placa divisoria maciza transversal 8 que tiene un tubo con caperuza 9 a su través para permitir el paso de vapores desde la parte inferior de la columna a la parte superior. Si se desea, puede montarse un separador de arrastre 10 por encima de la rejilla 5, por ejemplo a la entrada al tubo 9, tal como se muestra.

La parte superior de la columna está vacía, y está provista de un pulverizador o pulverizadores (11) para pulverizar líquido de lavado, por ejemplo soluciones de H_2SiF_6 con concentraciones de 12 a 25%. La parte superior de la torre está en comunicación con la atmósfera, a través de uno o más lavadores o condensadores de agua adicionales, por medio de un equipo de vacío (que no se muestra).

Durante el funcionamiento, los vapores generados en el evaporador 1 se impulsan a través de la columna 3 por medio del equipo de vacío. Al atravesar la parte inferior de la columna 3, fluidizan a las bolas 7. El impacto de los vapores sobre las bolas hace que cualquier gotita existente en los mismos sea dejada quieta y se deposite sobre la superficie de las bolas. Las superficies de las bolas están humec-

26 FEB 1975

tadas con una pulverización de ácido fluorosilícico procedente de la boquilla 8, recirculado desde la base de la torre por medio de la bomba 14. Pasado un tiempo, el líquido de H_2SiF_6 circulante se enriquece en P_2O_5 , y usualmente se deseará retirar algo del líquido e introducir una cantidad de reposición de ácido libre procedente de la sección superior de la torre.

Los vapores que salen del lecho de bolas están sustancialmente exentos de P_2O_5 y entran en la parte superior de la columna a través del tubo con caperuza 10. En la parte superior de la columna, los vapores se lavan por medio de ácido fluorosilícico pulverizado desde la boquilla 11. Los líquidos lavadores se recirculan y se enriquecen progresivamente con H_2SiF_6 . Una vez alcanzada la concentración deseada de H_2SiF_6 , parte del líquido puede retirarse, e introducirse agua de reposición en el líquido en recirculación, para controlar la concentración de H_2SiF_6 .

La totalidad de la columna 3 se hace trabajar en condiciones tales que no se condensa sino poca o ninguna cantidad de agua en la columna. Por lo tanto, los vapores de escape que salen por la parte superior de la columna 3 contienen principalmente vapor de agua y pueden expulsarse a la atmósfera.

Cuando los vapores contienen proporciones muy elevadas de gotitas de contaminantes, puede ser deseable hacer

26 FEB 1975

los pasar a través de un separador de ciclón antes de introducirlos en el separador por impacto para eliminar la mayoría de las gotitas.

5 Como se ha indicado anteriormente, el procedimiento de la invención tiene aplicación en la separación de contaminantes desde vapores que contienen compuestos de fluoruro de silicio derivados de otras fuentes. Así pues, la invención puede usarse también para purificar ácido fluorosilícico bruto procedente de lugares no adyacentes.

10 Se cree que es nueva la combinación de separador por impacto choque y la columna lavadora combinados, y la invención proporciona también por lo tanto un recipiente vacío, dividido en una primera sección y en una segunda sección por un miembro divisorio transversal adaptado para permitir el paso de vapores procedentes de la primera sección a la segunda sección, y provisto de medios para inhibir el paso simultáneo de vapor, de líquido y/o de gotitas entre las secciones primera y segundas;

20 estando provista dicha primera sección con dos miembros perforados transversales fijos que definen una cámara;

y conteniendo dicha cámara una pluralidad de miembros sustancialmente esféricos que están adaptados para ser fluidizados por paso de vapores a través de la primera sección; con medios de pulverización situados entre dichos miembros perforados y dicho miembro divisorio transversal, y adaptados para pul

26 FEB 1975

5 verizar líquido sobre dichos miembros sustancialmente esféricos; y estando también provista dicha primera sección con medios adaptados para retirar líquido que se escurre de dichos miembros sustancialmente esféricos de la primera sección;

10 y estando provista dicha segunda sección con una salida para vapor, con medios de pulverización adaptados para pulverizar un medio lavador líquido a través de los vapores para que pasan a través de la sección, y con una salida adaptada para separar el medio lavador de dicha segunda sección.

REIVINDICACIONES

15 Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

20 1ª). Un procedimiento para recuperar compuestos de fluoruro de silicio a partir de vapores que los contienen en mezcla con gotitas de impurezas contaminantes, que comprende hacer pasar los vapores a través de un separador por impacto provisto de un relleno, en el que las gotitas se eliminan por contacto con el relleno del separador; y tratar después los vapores sustancialmente exentos de gotitas para recuperar a partir de los mismos el contenido útil de flúor.

25



10 - 118
26 FEB. 1975

2ª). Un procedimiento según la reivindicación 1ª,
en el que los vapores se generan durante la evaporación de so-
luciones acuosas impuras de H_2SiF_6 .

5 3ª). Un procedimiento según la reivindicación 1ª,
en el que los vapores se generan durante la evaporación de áci-
do fosfórico.

4ª). Un procedimiento según cualquiera de las rei-
vindicaciones anteriores, en el que el relleno del separador
comprende un relleno de bolas fluidizado.

10 5ª). Un procedimiento para recuperar compuestos de
fluoruro de silicio.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que
antecede, representado en los dibujos que se acompañan, y con
los fines que se han especificado.

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

Madrid,

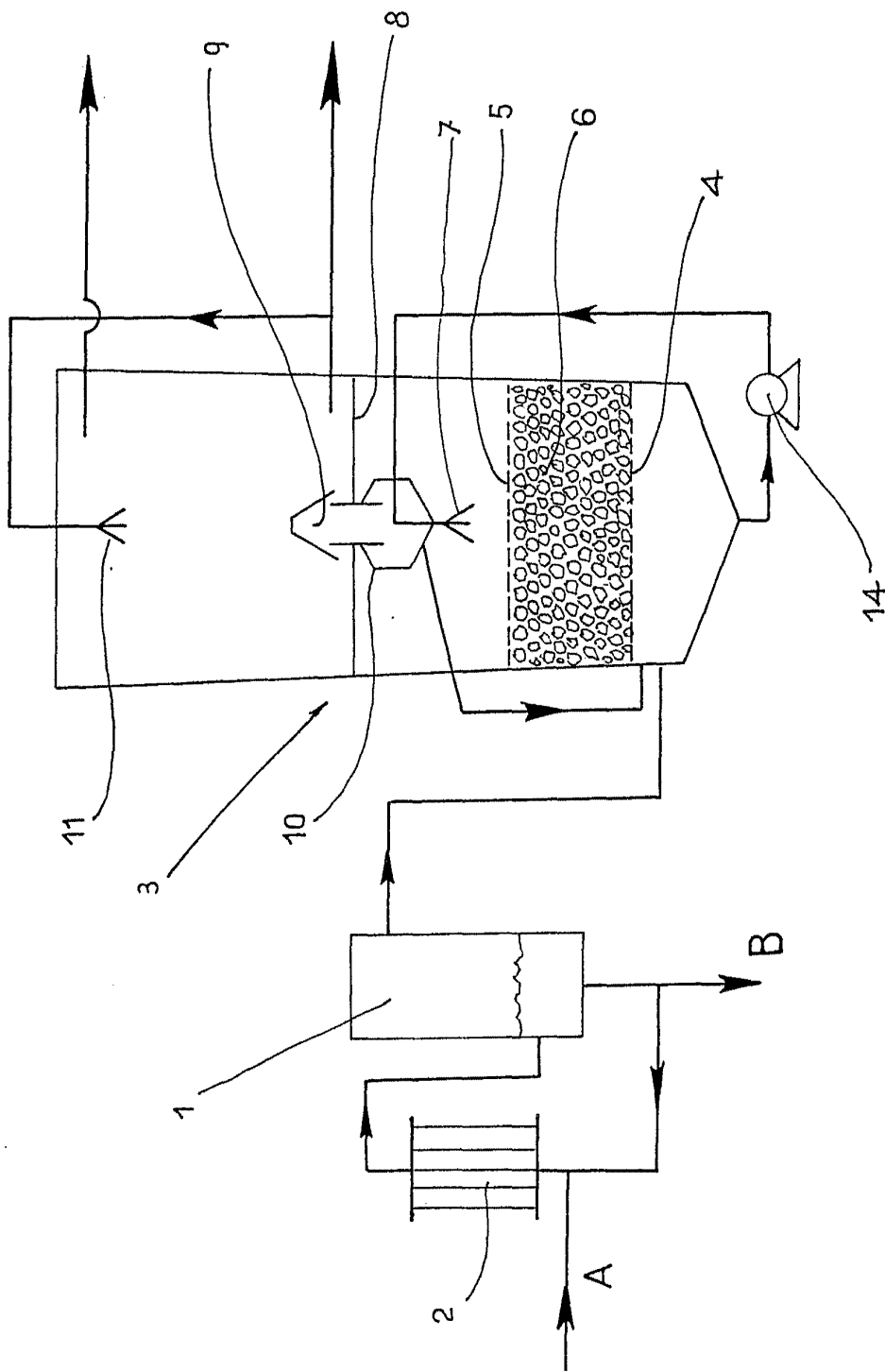
P.A.

26 FEB. 1975

Alberto de Elzaburu
Por Poder.

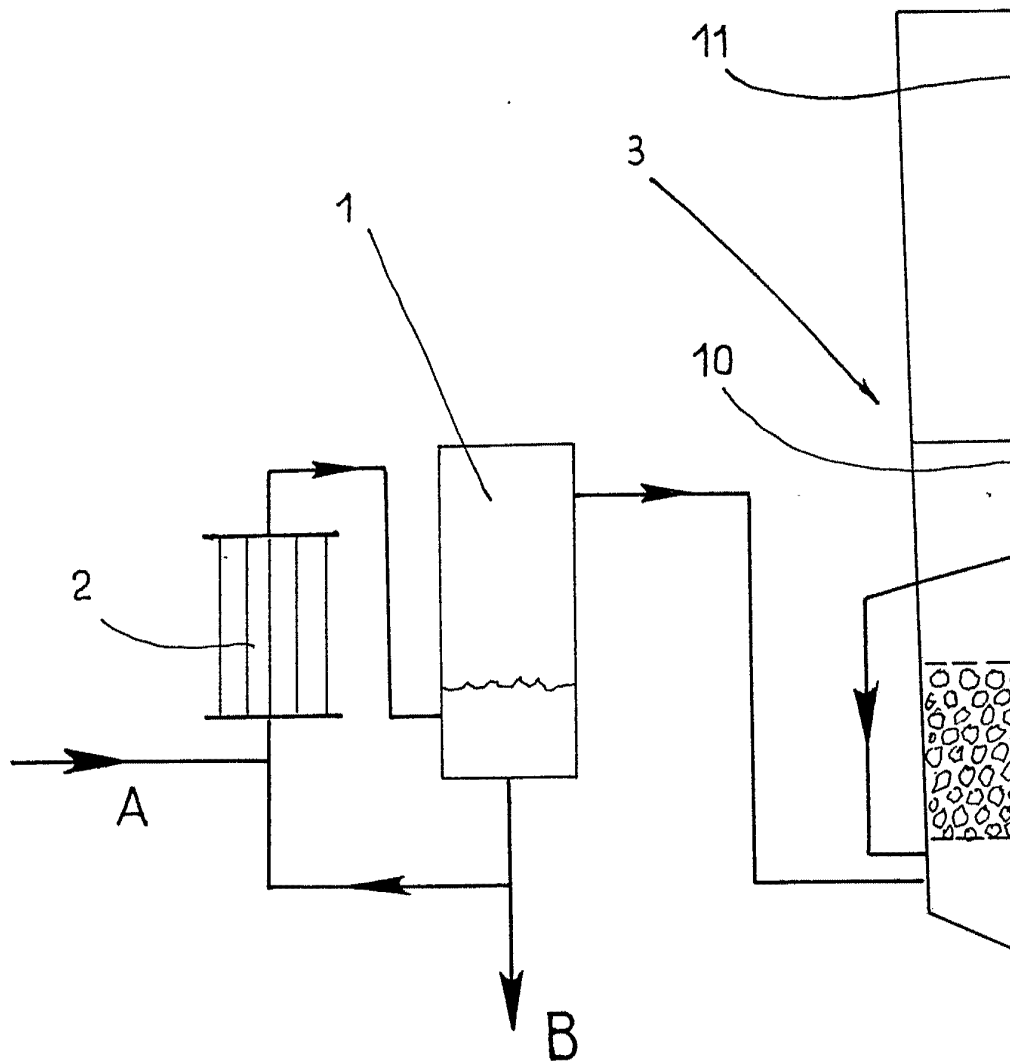
4.

26 FEB. 1978



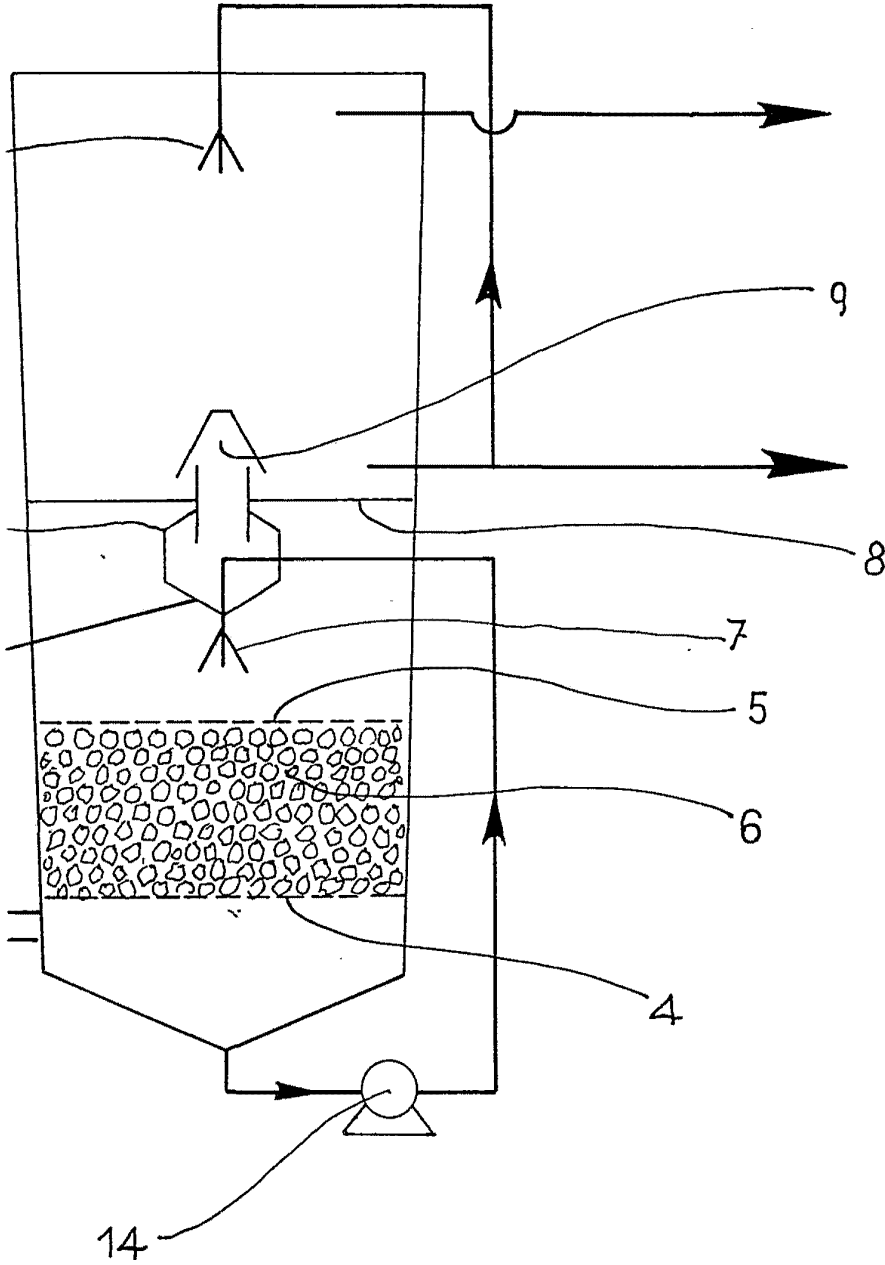
Alberico De Elvissure
Por Poder.

ESCALA VARIABLE





26 FEB. 1975



Alberio de Elcuburu
For Poder. *[Signature]*