



ESPAÑA

19	ES	11	452248	10	A I
		21			
		22	FECHA DE PRESENTACION		
			8-10-76		

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:		
31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
75 31518	15-10-75	Francia.
47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	CO1B	
64 TITULO DE LA INVENCION		
PROCEDIMIENTO PARA LA DEPURACION CON AYUDA DE UN DISOLVENTE ORGANICO, DE ACIDO FOSFORICO		
71 SOLICITANTE (S)		
CENTRE D'ETUDES ET DE RECHERCHES DE PHOSPHATES MINERAUX-CERPHOS		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
47 rue de Liege, 75008 Paris, Francia.		
72 INVENTOR (ES)		
Robert Krempff, de nacionalidad francesa, el cual ha cedido sus derechos a la entidad solicitante.		
73 TITULAR (ES)		
74 REPRESENTANTE		
D. BERNARDO UNGRIA GOIBURU		

1 La depuración del ácido fosfórico por vía húmeda, mediante extracción de impurezas con ayuda de disolventes miscibles en agua es conocida desde hace tiempo.

5 Ya en 1936 la patente alemana No. 648.295 describía un procedimiento en el cual se hacía uso de un disolvente miscible tal como el alcohol, en presencia de una pequeña concentración de elementos alcalinos. Los datos de esta patente son tomados por la patente alemana No. 2.109.861 del 22 de Septiembre de 1971 que describe el empleo de isopropanol en presencia de una cantidad muy pequeña de NH_3 .

10 Las técnicas descritas en estos documentos anteriores consisten esencialmente en crear un medio orgánico (fase disolvente mezclada con ácido fosfórico) en el cual los fosfatos de los cationes que constituyen las impurezas son muy poco solubles. Respetando algunas condiciones de concentración y temperatura, estos fosfatos se precipitan bajo una forma cristalizada fácilmente separable de la fase líquida por filtración. Por destilación del filtrado se aísla entonces de nuevo la fase orgánica del ácido depurado y se recicla el destilado.

15 20 Estos procedimientos conocidos dan buenos resultados cuando se dispone de ácido fosfórico conteniendo un total del 1 al 2% de cationes a eliminar por 52 al 54% de P_2O_5 . Se obtienen entonces como lo muestran en particular los ejemplos citados en la patente No. 2.109.861 ácidos muy puros perdiendo tan solo algún porcentaje de P_2O_5 .

25 30 Sin embargo, la tendencia actual al empleo de fosfatos brutos y por consiguiente ricos en impurezas, en la fabricación de PO_4H_3 trae consigo una solubilización de estas impurezas que se puede llegar cerca del 10% de cationes en el ácido con 50% de P_2O_5 . Entre estos cationes, el magnesio predomina

1 mina a menudo tanto por su cantidad como por sus efectos duran-
te el empleo del ácido fosfórico en los abonos.

En presencia de tales cantidades de impurezas, la
aplicación de los procedimientos conocidos indicados anterior-
5 mente traería consigo pérdidas de ácido fosfórico prohibitivas.

Se puede ilustrar el efecto poco ventajoso de estos
procedimientos anteriores sobre los rendimientos de fabrica-
ción de ácido fosfórico a partir de fosfatos brutos con ayuda
de las cifras siguientes. Cuando un ácido compuesto por 48,4%
10 de P_2O_5 y que contiene 6,9% de MgO, 1,05% de Fe_2O_3 y 0,96%
de Al_2O_3 se trata mediante acetona, siendo la relación ponde-
ral acetona ácido igual a 4, y en presencia de 0,35% de NH_3
con relación al peso de ácido bruto, se obtiene como producto
final un ácido que contiene menos del 0,4% de MgO, 0,10% de
15 Fe_2O_3 y trazas de Al_2O_3 , sin embargo se observa un pérdida de
 P_2O_5 en el precipitado de 47,7% del P_2O_5 del ácido de partida.

En estas condiciones este procedimiento de depura-
ción solo interesa si se puede comercializar el precipitado
obtenido cuyo contenido en P_2O_5 se aproxima a más del triple
20 y que además es rico en Mg, Fe y Al.

Como ejemplo, se puede citar el análisis de un preci-
pitado:

48,5% de P_2O_5 del cual el 90% es soluble en agua, 14,3% de
MgO, 2,2% de Fe_2O_3 y 3,0% de Al_2O_3 ; aquí se observa igualmen-
25 te el fuerte contenido en P_2O_5 con relación a las impurezas.

La invención tiene por objeto remediar estos inconve-
nientes y se refiere a este efecto a un procedimiento para la
depuración de ácido fosfórico, particularmente de ácido fabri-
cado a partir de fosfatos brutos con un contenido elevado de
30 impurezas por medio de un disolvente orgánico, caracterizado

1 porque se añade en una primera fase un reactivo cuyo anión
forma, con los cationes indeseables, sales poco solubles en
medio orgánico, y en una segunda fase, se mezcla la solución
obtenida con un disolvente miscible con el fin de crear el
5 medio orgánico anteriormente mencionado y precipitar la sales
formadas por las impurezas catiónicas y el anión del reactivo
añadido, y a continuación se separa el precipitado por fil-
tración.

10 Ahora se ha encontrado que se pueden evitar pérdidas
elevadas si se añade al ácido fosfórico a depurar primeramente
un reactivo que contiene un anión susceptible de formar con
las impurezas catiónicas sales poco solubles en el medio orgá-
nico que se crea a continuación por la adición de una canti-
dad suficiente de un disolvente orgánico miscible con ácido
15 bruto.

 Como aniones se ha encontrado que los iones de sul-
fato, silicofluoruro y fluoruro son los más apropiados para
la utilización en las fábricas de ácido fosfórico, aunque en
principio puedan convenir todos los aniones que conducen a
20 una precipitación de las impurezas del ácido en el medio di-
solvente orgánico.

 De acuerdo con el invento, se añade el reactivo en
una primera etapa, preferentemente en forma de un ácido del
anión seleccionado, en solución concentrada si es posible, y
25 se agita a continuación para obtener una mezcla homogénea.

 La cantidad de reactivo a añadir se determinará por
unos ensayos previos para cada materia prima y para cada anión
para obtener los mejores resultados dada la complejidad
del mecanismo de las reacciones que producen las distintas im-
30 purezas. Si se toma por criterio la cantidad estequiométrica

1 del anión con relación al MgO; se observa que la cantidad
óptima puede variar la mitad al doble de la cantidad estequio-
métrica.

5 La temperatura a la cual se añade el reactivo puede
estar comprendida entre la temperatura ambiente y aproximada-
mente los 60°C. La temperatura se aumenta cuando el ácido a
tratar se concentra, para reducir la viscosidad, lo cual fa-
cilita la obtención de una mezcla homogénea.

10 En una segunda fase se añade a la mezcla así obteni-
da una cantidad suficiente de un disolvente orgánico miscible.
A este efecto, se pueden utilizar los disolventes habitualmen-
te empleados para la depuración del ácido fosfórico de acuerdo
con las técnicas anteriores y particularmente de la acetona.

15 La cantidad de disolvente a utilizar es de 8 a 10
veces el peso de P_2O_5 contenido en el ácido a tratar, es decir
la proporción habitualmente utilizada en las técnicas ante-
riores. Después de la adición del disolvente se agita durante
algunos minutos para homogeneizar la masa y a continuación
se filtra el precipitado formado. El filtrado se somete a una
20 destilación para separar y recuperar el disolvente, y se lava
el precipitado. El disolvente de lavado puede mezclarse con
el que se introduce en la mezcla de H_3PO_4 /reactivo.

Se obtiene de éste modo un ácido fosfórico depurado
con un rendimiento muy bueno.

25 Los tratamientos mediante compuestos fluorados, en
particular H_2SiF_6 presentan la ventaja de poder realizarse
sobre ácidos compuestos por el 25 al 30% de P_2O_5 por consi-
guiente antes de la concentración. Ello permite por una parte
tratar ácidos muy cargados de MgO que no se hubieran podido
30 llevar al 50% de P_2O_5 a causa de su viscosidad. Por otra parte

1 se evita la reacción entre el disolvente y el ácido concentra-
do que puede proporcionar en ciertas condiciones ácidos fos-
fóricos ligeramente enriquecidos con materias orgánicas.

5 El presente procedimiento de depuración permite pues
hacer utilizable en todos los ámbitos de los abonos, ácidos
muy cargados de impurezas, principalmente obtenidos a partir
de fosfatos brutos y que tal cual no pueden encontrar salida.

Igualmente permite llevar la concentración de los
ácidos así depurados a unos valores netamente superiores al 54%
10 de P_2O_5 y particularmente llegar a la altura de los ácidos
superfosfóricos.

A título de ilustración, el invento se describe a con-
tinuación en algunos ejemplos no limitativos.

Ejemplo 1

15 Se trata un ácido fosfórico compuesto por el 52,32%
de P_2O_5 y con 3,87% de MgO, 0,87% de Fe_2O_3 , 1,66% de Al_2O_3 y
1,26% de F.

A 400 g de éste ácido, se añade a 40°C y agitando
sucesivamente 35,6 g de H_2SO_4 al 95% y 1674 g de acetona, se
20 continua la agitación aún durante algunos minutos luego se
filtra y se lava el precipitado formado.

El filtrado se somete a una destilación a vacío para
separar la acetona y se obtiene así un ácido compuesto por el
51,62% de P_2O_5 que solo contiene 0,8% de MgO, 0,5% de Fe_2O_3 ,
25 0,4% de Al_2O_3 y 0,1% de F.

En el precipitado lavado se encuentra 8% del P_2O_5
del ácido de partida, y su composición es la siguiente:

P_2O_5	: 20,9%	Fe_2O_3	: 1,8%
MgO	: 14,5%	Al_2O_3	: 3,8%
30 SO_3	: 20,0%	F	: 4,2%

1 relación estequiométrica HF/MgO. A continuación se añade a esta
mezcla acetona en una cantidad igual al doble del peso del
ácido.

5 Después de la separación del precipitado, destilación de la acetona y concentración del ácido fosfórico, se
obtiene un ácido compuesto por el 54% de P_2O_5 y que contiene
un 0,15% de MgO.

En resumen, la Patente de Invención que se solicita
deberá recaer sobre las siguientes:

10

REIVINDICACIONES

15

20

25

1. Procedimiento para la depuración, con ayuda de un disolvente orgánico, de ácido fosfórico particularmente ácido fabricado a partir de fosfatos brutos con un elevado contenido de impurezas, cuyo procedimiento se caracteriza porque se introduce, en el transcurso de una primera etapa, en el ácido fosfórico que se trata de depurar, un reactivo que contiene un anión susceptible de formar con las impurezas catiónicas contenidas en el ácido a purificar, sales poco solubles en medio orgánico, luego en introducir, en el transcurso de una segunda etapa, en la mezcla obtenida durante la primera etapa, un disolvente orgánico miscible con el ácido fosfórico que se trata de purificar, conocido en sí como disolvente de depuración del ácido fosfórico, cuyo disolvente provoca la precipitación de las sales formadas por reacción del anión del reactivo introducido en el transcurso de la primera etapa del procedimiento, con las impurezas catiónicas contenidas en el ácido a purificar, separándose a continuación el precipitado formado por filtración.

30

2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el reactivo es ácido sulfúrico, ácido fluosilícico

1 cico o el ácido fluorhídrico.

3. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 o 2, caracterizado porque el disolvente orgánico miscible es acetona.

5 4. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque se opera a una temperatura comprendida entre la temperatura ambiente y 60°C aproximadamente, cuando el ácido de partida tiene una viscosidad elevada, con el fin de facilitar la homogeneización del medio.

10. 5. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: PROCEDIMIENTO PARA LA DEPURACION CON AYUDA DE UN DISOLVENTE ORGANICO, DE ACIDO FOSFORICO.

15 Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente memoria descriptiva que consta de nueve páginas mecanografiadas.

Madrid, 8 octubre 1.976

BERNARDO UNGRIA

P.P.



20

25

30 