

MINISTERIO DE INDUSTRIA  
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

⑩ ES	⑪ NUMERO	⑩ A1
	463603	
	⑫ FECHA DE PRESENTACION	
	24-X-44	

PATENTE DE INVENCION

④ PRIORIDADES:		
① NUMERO	② FECHA	③ PAIS
P 26 57 190.4	17 diciembre 1976	Alemania
④ FECHA DE PUBLICIDAD	⑤ CLASIFICACION INTERNACIONAL	⑥ PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C01B	
④ TITULO DE LA INVENCION		
PROCEDIMIENTO PARA LA PURIFICACION DE ACIDO FOSFORICO DE PROCEDIMIENTO EN HUMEDO"		
⑦ SOLICITANTE (S)		
Hoechst Aktiengesellschaft		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
D 6230 Frankfurt/Main-80 (Alemania)		
⑦ INVENTOR (ES)		
Dr. Klaus-Peter Ehlers, Dr. Wolfgang Scheibitz, Dr. Klaus Schrödter y Dr. Gero Heymer		
⑦ TITULAR (ES)		
⑦ REPRESENTANTE		
,D. Carlos Fernández Candelas		

UNE A - 4 MOD. 3108

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figura en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

UTILICÉSE COMO PRIMERA PAGINA DE LA MEMORIA

20 JUN 1978

Es objeto del presente invento un procedimiento para la purificación de ácido fosfórico de procedimiento en húmedo, en el que el ácido fosfórico a purificar y un disolvente orgánico, que es parcialmente miscible con agua y es capaz de recoger el ácido fosfórico, son conducidos en contracorriente entre sí. La solución orgánica de ácido fosfórico resultante en tal caso - el extracto primario - es separada entonces de las impurezas no recogidas por el disolvente - el producto refinado primario -, luego, a partir de la solución orgánica de ácido fosfórico, se recupera el ácido fosfórico purificado por reextracción con agua en forma de ácido o mediante reacción con álcalis como fosfato de metal alcalino, y el producto refinado primario es tratado en contracorriente con un disolvente que contiene ácido mineral, con formación de un extracto secundario.

Para la purificación de ácido fosfórico es sabido emplear en forma anhidra disolventes parcialmente miscibles con agua. De acuerdo con un procedimiento descrito en la DT-AS 2.321.751, los disolventes mencionados son utilizados en cantidades tales que se disuelven en los disolventes orgánicos la totalidad del ácido fosfórico no fijado así como el agua del ácido bruto presente en forma no fijada. Es desventajoso en este modo de procedimiento el hecho de que el residuo que contiene las impurezas, también denominado producto refinado primario, resulta en una forma desde viscosa hasta sólida dependiendo del ácido bruto utilizado, lo cual dificulta su manipulación y conduce a inclusiones de disolvente.

Es sabido además emplear los disolventes mencionados en una forma, en la que éstos contienen 40 a 50% menos de agua que lo que corresponde a su saturación con agua. Este procedimiento descrito en la DT-OS 2.127.141 tiene la desventaja de que para la extracción cuantitativa del ácido fosfórico se necesitan proporciones acrecentadas de disolvente: ácido así como un número elevado de etapas, ya que se trabaja ampliamente de acuerdo con las leyes clásicas del reparto de una sustancia entre dos fases líquidas. Los residuos de impurezas resultantes en tal caso contienen hasta más de 60% de agua, lo cual es desventajoso toda vez que no se puede efectuar sin eliminación de agua - por ejemplo mediante una concentración -, una transformación de los residuos, necesario por lo general, en una forma desechable a verdaderos. Dado que los residuos consisten en soluciones concentradas de sales ácidas, el espesamiento de tales residuos plantea técnicamente considerables dificultades.

Se conocen además algunos procedimientos para la obtención de ácido fosfórico a partir de residuos que contienen fosfato mediante tratamiento de estas sustancias con ácidos minerales y recogida del ácido fosfórico formado en disolventes orgánicos. En cooperación con un procedimiento de purificación para ácido fosfórico de procedimiento en húmedo, tales procesos sirven para aumentar el rendimiento global de  $P_2O_5$ .

Es misión del presente invento llevar a cabo la purificación de ácidos fosfóricos de procedimiento en húmedo

en condiciones tales que  
la recogida de ácido fosfórico en el disolvente se efectúe  
con la menor proporción posible de disolvente a ácido, así  
como utilizando el menor número posible de etapas;  
5 se obtenga una cantidad máxima de  $P_2O_5$  en forma purificada;  
resulten productos refinados finales que contengan precisa-  
mente una cantidad de agua tal que puedan ser manipulados  
con facilidad y al mismo tiempo puedan ser transformados  
sin un gran gasto técnico en una forma desechable a verdade-  
10 ros.

De acuerdo con el invento, esta misión es resuel-  
ta mezclando con un disolvente anhidro el extracto orgánico  
de ácido fosfórico formado en el tratamiento del producto  
refinado primario - que también es denominado extracto se-  
15 cundario - con un contenido de agua mayor de 0 e igual o me-  
nor de 10% en peso, en una proporción ponderal tal que la mez-  
cla obtenida tenga un contenido de agua que sea mayor que 0  
y menor que 50% de la concentración de saturación con agua  
en el disolvente. Luego esta mezcla se conduce en contracor-  
20 rriente con respecto al ácido fosfórico a purificar.

Ventajosamente, en tal caso para la extracción  
del producto refinado se utiliza el mismo disolvente orgá-  
nico que se emplea para la recogida del ácido fosfórico a  
partir del ácido fosfórico de procedimiento en húmedo.

25 Especialmente, son apropiados como disolventes  
orgánicos alcoholes con 5 átomos de carbono.

Se aconseja emplear el disolvente anhidro en can-

tidades tales que éste sea capaz de recoger tanto la totalidad del ácido fosfórico presente en forma soluble en el ácido fosfórico de procedimiento en húmedo a purificar, como también el agua presente en forma no fijada en este ácido fosfórico de procedimiento en húmedo.

Las cantidades del disolvente anhidro necesarias para ello dependen de la concentración de  $P_2O_5$  del ácido fosfórico de procedimiento en húmedo a purificar, es decir que se deben utilizar mayores cantidades de disolvente al disminuir la concentración de  $P_2O_5$  del ácido.

En el caso de utilizarse alcoholes con 5 átomos de carbono en calidad de disolventes y con contenidos de  $P_2O_5$  de los ácidos en cada caso de 50, 40 ó 30% en peso, esto significa, por ejemplo, que los alcoholes se emplean correspondientemente en cada caso en aproximadamente 2,5; 6 ó 9 partes en volumen por 1 parte en volumen de ácido.

El extracto orgánico de ácido fosfórico, formado en el tratamiento del producto refinado primario (extracto secundario) se mezcla preferiblemente con el disolvente anhidro en proporciones cuantitativas tales que la mezcla obtenida tenga un contenido de agua que ascienda a 10 hasta 30% de la concentración de saturación con agua en el disolvente. De manera en sí conocida, el disolvente empleado es conducido en circuito cerrado, tras haber recuperado el ácido fosfórico purificado.

Ventajosamente, del disolvente conducido en circuito cerrado se deshidrata una parte y se utiliza ésta para

disolver el ácido fosfórico de procedimiento en húmedo. La parte no deshidratada se emplea luego directamente para la extracción del producto refinado. Para la extracción del producto refinado primario se han de aconsejar proporciones en volumen de disolvente a producto refinado de 4:1 hasta 8:1, preferiblemente de alrededor de 6:1. El ácido mineral es empleado convenientemente en forma concentrada y en cantidades tales que por 1 átomo-gramo de P, contenido en el producto refinado, se consume 1 equivalente de ácido.

5

10 Como ácido mineral el ácido sulfúrico ofrece ventajas especiales. La extracción del producto refinado puede efectuarse a temperaturas entre 0 y 98°C, pero han de preferirse temperaturas de 20 hasta 60°C. La extracción en contracorriente del producto refinado primario se lleva a cabo en 2 hasta 10, preferiblemente 3 hasta 5, etapas de extracción. El producto refinado secundario que resulta en la extracción del producto refinado primario es hecho reaccionar con cal viva para formar un residuo sólido, que reacciona de modo neutro, que es apropiado como producto desechable a vertederos.

15

20

De modo especialmente ventajoso, el procedimiento según el invento se lleva a cabo de acuerdo con el siguiente esquema de flujo, extrayendo el producto refinado primario F en una instalación de contracorriente II con el disolvente S que contiene agua y ácido mineral. El extracto secundario D que contiene ácido fosfórico, resultante en tal caso, se mezcla luego con el disolvente anhidro C con for-

25

mación de una mezcla de extracto y disolvente E. La mezcla T del ácido fosfórico de procedimiento en húmedo A a purificar y la solución de lavado B, que procede de la etapa de lavado IV, se somete a tratamiento en la instalación de contracorriente I adicional con la mencionada mezcla de extracto y disolvente E, resultando una cantidad adicional de producto refinado primario F así como un extracto primario J consistente en una solución orgánica de ácido fosfórico. Este último extracto se introduce en la mencionada etapa de lavado IV, en la cual se introduce además la fase acuosa R, que resulta en la subsiguiente destilación azeotrópica en VI, y a partir de la cual se retira por un lado la solución de lavado B ya mencionada y por otro lado la solución orgánica de ácido fosfórico U, lavada, formada a partir del extracto primario J. Esta solución de ácido fosfórico U es transformada después de ello, o bien por reextracción V con agua K en ácido fosfórico purificado L o bien por reacción con álcalis en fosfatos de metales alcalinos. Del disolvente P que contiene agua, resultante en tal caso, se conduce una parte Q a la destilación azeotrópica VI mencionada y la otra parte G, tras mezclarla con el ácido mineral H, como disolvente S que contiene agua y ácido mineral, a la extracción en contracorriente II del producto refinado primario F. El disolvente anhidro C obtenido en la destilación azeotrópica VI se utiliza para la preparación de la mencionada mezcla de extracto y disolvente E. Finalmente, el producto refinado secundario M que queda en la extracción

en contracorriente II del producto refinado primario F es hecho reaccionar con cal viva N en un recipiente de reacción III para formar un residuo O sólido, apropiado como producto desechable a vertederos.

5                   Mediante el modo de trabajo de acuerdo con el invento resultan las siguientes ventajas:

10                   La capacidad para recogida de agua del disolvente orgánico, anhidro, parcialmente miscible con agua, utilizado para la recogida y separación del ácido fosfórico respecto de las impurezas, no es disminuída por el mezclado con el extracto secundario que contiene agua, procedente del tratamiento con ácido mineral del producto refinado primario. Por consiguiente, se mantiene en el disolvente el poder de recoger junto al ácido fosfórico también la totalidad del agua, presente en forma no fijada, del ácido fosfórico de procedimiento en húmedo. Al mismo tiempo, sin embargo, por mezclado de la corriente anhidra de disolvente con el extracto secundario y por empleo de esta mezcla para el tratamiento del ácido bruto se genera un producto refinado primario que es capaz de fluir y bien susceptible de ser transformado.

15

20

25                   La capacidad para fluir del producto refinado primario es mejorada adicionalmente en el tratamiento con ácido mineral en el transcurso de la transformación en el producto refinado secundario con un contenido de agua casi constante.

Este hecho sorprendente, sobre todo, en el caso

de utilizarse un disolvente no saturado con agua, se explica por la composición modificada de los productos refinados. Mientras que el producto refinado primario consiste ampliamente en sales de fosfato, el producto refinado secundario consiste en una mezcla de sales ácidas del ácido mineral empleado y de este ácido.

La recogida de la totalidad del ácido fosfórico se efectúa en una contracorriente de dos etapas con utilización de cantidades comparativamente más bajas de disolvente.

Los productos refinados secundarios son pobres en  $P_2O_5$ . En el caso de emplearse ácidos procedentes de fosfato de Marruecos, éstos contienen menos de 3% del  $P_2O_5$  total empleado, y en el caso de los ácidos procedentes de fosfatos de Florida contienen menos de 5% de dicho  $P_2O_5$  total.

Los productos refinados secundarios pueden ser transformados en una forma desechable a verdaderos, no contaminante del ambiente, sin eliminación previa de agua, por ejemplo mediante reacción con cal. La pequeña proporción de agua de los productos refinados es en tal caso evaporada o fijada por las sales que se forman.

Como disolvente apropiado para el procedimiento se ha manifestado, además de muchos otros disolventes parcialmente miscibles con agua, la mezcla de alcoholes de 5 átomos de carbono que resulta en la síntesis oxo.

Con ayuda de los siguientes ejemplos se ha de explicar adicionalmente el invento, sin que por ello deba

estar limitado a estos ejemplos el objeto del invento.

Ejemplo 1.

Un ácido fosfórico bruto usual en el comercio,  
a base de un mineral de fosfato de Marruecos, contiene

5 50,2% en peso de  $P_2O_5$  y las siguientes impurezas principa-  
les, referidas a % de  $P_2O_5$ :

Fe 4070 ppm

Al 2200 ppm

Mg 8460 ppm

10 Ca 2500 ppm

V 460 ppm

Mn 80 ppm

$SO_4$  1500 ppm

En el transcurso de 60 horas se trataron 23,12  
15 toneladas de este ácido bruto A junto con 3,20 toneladas  
de solución de lavado recirculada B en una instalación en  
contracorriente en dos etapas I, con 49,62 toneladas de al-  
cohol amílico anhidro C procedente de la síntesis oxo, así  
como 14,03 toneladas de un extracto secundario orgánico D  
20 procedente de la extracción en contracorriente en tres eta-  
pas II del producto refinado primario F. La mezcla E de es-  
tas dos fases orgánicas C y D contenía 2,1% en peso de  $H_2O$ .  
3,45 toneladas del producto refinado primario F, casi sólido,  
fueron introducidas en la mencionada extracción en con-  
25 tracorriente II y allí fueron puestos en contacto como mez-  
cla S, a 25°C, con 13,82 toneladas de alcohol amílico sa-  
turado con agua G, al que se habían añadido 0,52 toneladas

de ácido sulfúrico concentrado (96% de  $H_2SO_4$ ) H. El extracto secundario D que salía de esta batería de extracción II fue empleado tal como arriba se describe. En total se obtuvieron en el tratamiento en contracorriente I del ácido bruto A 86,43 toneladas de extracto primario J con un contenido de 15,1% en peso de  $P_2O_5$ , a partir del cual después de un lavado en contracorriente en varias etapas IV y de una reextracción en varias etapas V con agua K se obtuvieron 32,36 toneladas de ácido fosfórico puro L con 36,4% en peso de  $P_2O_5$ . Las impurezas principales del ácido bruto estaban presentes en el ácido puro con los siguientes contenidos residuales, referidos a % de  $P_2O_5$ :

Fe < 20 ppm

Al < 20 ppm

15 Mg < 10 ppm

Ca < 20 ppm

V < 3 ppm

Mn < 1 ppm

$SO_4$  < 0,1 %.

20 Además de ello habían resultado 3,85 toneladas de producto refinado secundario M con un contenido residual de 6,0% en peso de  $P_2O_5$ . La pérdida total ascendió a 1,9% en peso, referido al  $P_2O_5$  empleado con el ácido bruto. Luego, el producto refinado secundario M, en un mezclador de  
25 doble árbol III no calentado, se añadieron dosificadamente 0,53 toneladas de cal viva N sólida, se aspiró el agua que se evaporaba en la vigorosa reacción, y se obtuvieron final-

mente 3,93 toneladas de un producto desechable a vertederos o, desmenuzable y sólido. El alcohol amílico P saturado con agua, procedente de la etapa de reextracción de ácido puro V fue mezclado con ácido sulfúrico H en una corriente parcial menor G y fue conducido de nuevo a la batería II. La cantidad mayor de alcohol Q fue deshidratada en una destilación azeótropa continua VI y recirculada a la instalación de contracorriente I.

El agua R separada en la destilación fue conducida a la batería de lavado IV.

Ejemplo 2.

Un ácido fosfórico bruto de Florida, usual en el comercio, contiene 50,0% en peso de  $P_2O_5$ , con las siguientes impurezas principales, referidas a % de  $P_2O_5$ :

15	Fe	2,48 % en peso
	Al	1,60 % en peso
	Mg	0,56 % en peso
	Ca	0,13 % en peso
	V	260 ppm
20	Mn	760 ppm
	$SO_4$	0,15 %

En el transcurso de 100 horas se trataron 40,00 toneladas de este ácido bruto A juntamente con 5,55 toneladas de solución de lavado B recirculada, en una contracorriente en dos etapas I, con una mezcla E a base de 78,73 toneladas de alcohol amílico anhidro C procedente de la síntesis oxo así como 38,71 toneladas de un extrac-

to secundario D, procedente de una batería de contracorriente en cuatro etapas II. La mezcla E de aquéllos en las fases orgánicas C y D contenía 2,0 % en peso de H<sub>2</sub>O.

9,46 toneladas de un producto refinado primario F casi sólido procedente de la instalación de contracorriente I fueron introducidas en la extracción en contracorriente en cuatro etapas II y allí fueron puestas en contacto como mezcla S con 35,28 toneladas de alcohol amílico G parcialmente saturado con agua con 5,5% en peso de H<sub>2</sub>O, que tenía una temperatura de 76°C y al que se habían añadido 2,82 toneladas de ácido sulfúrico concentrado (96% de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) H. En tal caso se estableció en la batería II una temperatura media de 55°C. El extracto secundario D que salía de esta batería de extracción, pesaba 38,71 toneladas y fue empleado tal como arriba se describe. En total, en el tratamiento en contracorriente I del ácido bruto A se obtuvieron 153,78 toneladas de extracto primario J con un contenido de 13,7% en peso de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, a partir del cual después de un lavado en contracorriente de varias etapas IV y de una subsiguiente reextracción en una sola etapa V con lejía de sosa concentrada (50% en peso de NaOH) K se obtuvieron 56,97 toneladas de solución de fosfato monosódico L con 33,3% en peso de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Las impurezas principales estaban presentes en la solución de sal con los siguientes contenidos residuales, referidos a % de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.

Fe < 20 ppm

Al < 20 ppm

Mg < 10 ppm

Ca < 20 ppm

5 V < 3 ppm

Mn < 1 ppm

SO<sub>4</sub> < 0,1 %.

Además de ello se habían formado 8,65 toneladas de producto refinado secundario M con un contenido residual de 11,3% en peso de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. La pérdida total ascendió a 5,0 % en peso, referido al P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> empleado con el ácido bruto. Entonces se añadieron dosificadamente 1,11 toneladas de cal viva sólida N al producto refinado secundario M en un mezclador de doble árbol III no calentado, se aspiró el agua evaporada y finalmente se obtuvieron 8,66 toneladas de un producto O desechable a vertederos desmenuzable y sólido. El alcohol amílico parcialmente saturado con agua P, caliente, procedente de la etapa de reextracción V fue conducido en una corriente parcial G menor después de haberse mezclado con el ácido sulfúrico H, a la extracción en contracorriente II. La cantidad de alcohol mayor Q fue deshidratada en una destilación azeotrópica continua VI y mezclada tal como arriba se describe con el extracto secundario D. El agua R obtenida en la destilación VI fue añadida a la batería de lavado IV.

10

15

20

25

- REIVINDICACIONES -

1. Procedimiento para la purificación de ácido fosfórico de procedimiento en húmedo, en que el ácido fosfórico a purificar y un disolvente orgánico, que es parcialmente miscible con agua y es capaz de recoger el ácido fosfórico, son conducidos en contracorriente entre sí, la solución orgánica de ácido fosfórico, resultante en tal caso, es separada de las impurezas no recogidas por el disolvente, el producto refinado primario, a partir de la solución orgánica de ácido fosfórico se recupera el ácido fosfórico purificado por re-extracción con agua en forma de ácido o por reacción con álcalis en forma de fosfato de metal alcalino, y el producto refinado primario es tratado en contracorriente con un disolvente que contiene ácido mineral, caracterizado porque se mezcla con un disolvente anhidro el extracto orgánico de ácido fosfórico formado en el tratamiento del producto refinado, con un contenido de agua mayor de 0 e igual o menor de 10% en peso, en una proporción ponderal tal que la mezcla obtenida tiene un contenido de agua que es mayor que 0 y menor de 50% de la concentración de saturación con agua en el disolvente, y porque esta mezcla se conduce en contracorriente con respecto al ácido fosfórico a purificar.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque para la extracción del producto refinado se utiliza el mismo disolvente orgánico que se emplea para la recogida del ácido fosfórico a partir del ácido fosfórico de procedi-

B

miento en húmedo.

3. Procedimiento según las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque en calidad de disolvente orgánico se emplean alcoholes con 5 átomos de carbono.

5 4. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque el disolvente anhidro se emplea en cantidades tales que es capaz de recoger tanto la totalidad del ácido fosfórico presente en forma soluble en el ácido fosfórico de procedimiento en húmedo a purificar, como también el  
10 agua presente en forma no fijada en este ácido fosfórico de procedimiento en húmedo.

5. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque el disolvente anhidro se emplea en cantidades que dependen de la concentración de  $P_2O_5$  del ácido  
15 fosfórico de procedimiento en húmedo a purificar, utilizándose cantidades crecientes de disolvente al disminuir la concentración de  $P_2O_5$  del ácido.

6. Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado porque en el caso de utilizarse alcoholes de 5 átomos de  
20 carbono como disolvente, y con contenidos de  $P_2O_5$  de los ácidos en cada caso de 50, 40 ó 30% en peso, los alcoholes se emplean correspondientemente en cada caso en aproximadamente 2,5,6 ó 9 partes en volumen por 1 parte en volumen de ácido.

25 7. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 6,

*g*

5 caracterizado porque el extracto orgánico de ácido fosfórico formado en el tratamiento del producto refinado primario se mezcla con el disolvente anhidro en proporciones cuantitativas tales que la mezcla obtenida tiene un contenido de agua que asciende a 10 hasta 30% de la concentración de saturación con agua en el disolvente.

10 8. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque el disolvente empleado se conduce en circuito cerrado después de haber recuperado el ácido fosfórico purificado.

15 9. Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado porque el disolvente conducido en circuito cerrado se deshidrata una parte y se la utiliza para disolver el ácido fosfórico de procedimiento en húmedo, y la parte no deshidratada se emplea directamente para la extracción del producto refinado.

20 10. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado porque para la extracción del producto refinado el disolvente se emplea en una proporción en volumen respecto al producto refinado de 4:1 hasta 8:1.

11. Procedimiento según la reivindicación 10, caracterizado porque el disolvente se emplea en una proporción en volumen respecto al producto refinado de aproximadamente 6:1.

25 12. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 11, caracterizado porque el ácido mineral se emplea en forma concentrada.

*20*

13. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 12, caracterizado porque el ácido mineral se emplea en cantidades tales que por 1 átomo-gramo de P, contenido en el producto refinado, se consume 1 equivalente de ácido.

5 14. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 13, caracterizado porque en calidad de ácido mineral se emplea ácido sulfúrico.

10 15. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 14, caracterizado porque la extracción del producto refinado se efectúa a temperaturas entre 0 y 98°C.

16. Procedimiento según la reivindicación 15, caracterizado porque la extracción se efectúa a 20 hasta 60°C.

15 17. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 16, caracterizado porque la extracción en contracorriente del producto refinado se lleva a cabo en 2 hasta 10 etapas de extracción.

18. Procedimiento según la reivindicación 17, caracterizado porque la extracción se lleva a cabo en 3 hasta 5 etapas de extracción.

20 19. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 18, caracterizado porque el residuo que resulta en la extracción del producto refinado se hace reaccionar con cal viva para formar un producto sólido desechable a vertederos, de reacción neutra.



20. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1.ª a 19, caracterizado porque a) el producto refinado primario se extrae en contracorriente con el disolvente que contiene agua y ácido mineral; b) el extracto secundario que contiene ácido fosfórico resultante en tal caso se mezcla con el disolvente anhidro con formación de una mezcla de extracto y disolvente; c) una mezcla del ácido fosfórico de procedimiento en húmedo a purificar y una solución de lavado, que procede de una posterior etapa de lavado, se tratan en contracorriente con la mencionada mezcla de extracto y disolvente, resultando una cantidad adicional de producto refinado primario así como un extracto primario consistente en una solución orgánica de ácido fosfórico; d) este último extracto se introduce en la etapa de lavado mencionada, en la cual se introduce además una fase acuosa, que resulta en una subsiguiente destilación azeotrópica, y a partir de la cual se retira por un lado la solución de lavado ya mencionada y por otro lado una solución orgánica de ácido fosfórico, lavada, formada a partir del extracto primario, la cual solución e) se transforma o bien por reextracción con agua en ácido fosfórico purificado o bien por reacción con álcalis en fosfatos de metales alcalinos; f) del disolvente que contiene agua, resultante en tal caso, se introduce una parte en la mencionada destilación azeotrópica y la otra parte, después de mezclarse con el ácido mineral, en la extracción en contracorriente del producto refinado primario; g) el disolvente anhidro obtenido en la destilación azeotrópica se utiliza

26

para la preparación de la mencionada mezcla de extracto y disolvente; y h) el producto refinado secundario que queda en la extracción en contracorriente del producto refinado primario se hace reaccionar con cal viva para formar un residuo sólido apropiado como producto desechable a vertederos.

21. PROCEDIMIENTO PARA LA PURIFICACION DE ACIDO FOSFORICO DE PROCEDIMIENTO EN HUMEDO.

Tal como se describe y reivindica en la presente Memoria Descriptiva, que consta de diecinueve hojas escritas a máquina por una sola cara, y de sus correspondientes dibujos.

Madrid, 27 OCT 1977  
CARLOS FERNANDEZ CANDELAS  
P.R.

6

