

20 SET. 1978

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

Concedido el Registro de acuerdo ⁽¹⁹⁾ ES con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

(11) NÚMERO	466966	(10) A 1
(22) FECHA DE PRESENTACION		



PATENTE DE INVENCION

(30) PRIORIDADES: (31) NUMERO	(32) FECHA	(33) PAIS
P 26 05 106.9	10 febrero 1.976	Alemania

(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	Col B	455.536 de 1.2.77

(64) TITULO DE LA INVENCION

"Dispositivo para la preparación de soluciones alcohólicas de ácido fosfórico a partir de fosfatos ácidos".

(71) SOLICITANTE (ES)

HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

D 6230 Frankfurt/Main-80 (alemania)

(72) INVENTOR (ES)

Dr. Klaus Schrödter, Dr. Wolfgang Scheibitz y Dr. Klaus-Peter Ehlers.

(73) TITULAR (ES)

(74) REPRESENTANTE

Carlos Fernández Candelas

Es objeto del presente invento un dispositivo -
para la obtención de soluciones alcohólicas de ácido fos-
fórico a partir de fosfatos ácidos o sus mezclas en pre -
sencia de agua y de un ácido mineral fuerte, por medio de
5 extracción con alcoholes.

En distintos procesos técnicos resultan fosfa -
tos ácidos o mezclas de fosfatos ácidos en forma de solu -
ciones o suspensiones con elevado contenido de sal. Así, -
por ejemplo, el ácido fosfórico bruto, que resulta en el
10 caso de la disgregación de fosfatos brutos con ácido sul -
fúrico, es purificado por extracción con disolventes orgá -
nicos, obteniéndose, junto con la fase orgánica de extrac -
to, grandes cantidades de una fase acuosa de producto refi -
nado, que consiste en lo esencial en una mezcla de fosfa -
15 tos ácidos, principalmente fosfatos ácidos de hierro, de
aluminio y de magnesio.

También resultan fosfatos ácidos de hierro o alu -
minio en el caso del tratamiento químico o electroquímico
de metales en baños de ácido fosfórico.

20 Con el fin de obtener el P_2O_5 , combinado en las
sales o mezclas de sales antes mencionadas, en forma de -
ácido fosfórico libre, ya se han descrito diferentes pro -
cedimientos, los cuales, no obstante, no son satisfacto -
rios en lo que se refiere al rendimiento logrado ni al -
25 grado de pureza del ácido fosfórico (memoria de patente -
alemana 1.667.559, DT-OS 2.029.564).

Así, por ejemplo, los fosfatos ácidos son hechos

reaccionar con un ácido mineral concentrado, en general -
ácido sulfúrico, poniéndose en libertad ácido fosfórico, y
formándose las correspondientes sales del ácido mineral.
Ya que en el presente caso se trata de una reacción de -
5 equilibrio, se emplea un exceso de ácido mineral, con el
fin de convertir el P_2O_5 del fosfato, del modo más cuanti-
tativo que sea posible, en ácido fosfórico.

Como consecuencia de ello, la mezcla de reac-
ción contiene siempre ácido mineral libre.

10 A causa de la solubilidad relativamente buena -
de las sales formadas no se pueden separar por filtración
ni el ácido fosfórico puesto en libertad ni el ácido min-
eral restante. En lugar de ello, la mezcla de reacción es
(extraída con los disolventes orgánicos en los que los áci-
15 dos son solubles pero las sales no son solubles o sólo lo
son limitadamente. Entre estos disolventes se cuentan, ad-
más de éteres, aminas, ésteres y cetonas, especialmente -
alcoholes de cadena media tales como isopropanol, butanol
o alcohol amílico.

20 Por consiguiente, en la extracción de la mezcla
de reacción, además de la fase acuosa de sales, que con-
siste en sales del ácido mineral empleado y en fosfatos -
no reaccionados, se obtiene una fase orgánica de extracto
que contiene fósforo y ácido mineral.

25 Según otros procedimientos de purificación por -
extracción para ácido fosfórico no se efectúa ninguna se-
paración de los fosfatos ácidos contenidos en el ácido -

fosfórico libre sino que ambos componentes son extraídos en común con ayuda de un disolvente orgánico en presencia de ácido mineral en exceso. También en este caso el P_2O_5 contenido en los fosfatos es transformado en su mayor parte en ácido fosfórico, formándose no obstante de nuevo extractos con elevado contenido de ácido mineral.

En cualquier caso, la fase orgánica de extracto ha de ser sometida a procesos de purificación especiales para la obtención de un ácido fosfórico ampliamente libre de ácido mineral.

Entre ellos se cuentan, por ejemplo, una purificación por precipitación con agentes químicos apropiados o un lavado de los extractos con ácido fosfórico o con soluciones de sales de fosfato. Estas medidas de purificación adicionales son costosas en cuanto a los aparatos, y exigen en parte caros productos químicos y conducen a considerables pérdidas de P_2O_5 .

Los procedimientos hasta ahora conocidos para la obtención de ácido fosfórico a partir de fosfatos ácidos por reacción con un ácido mineral y extracción con un disolvente orgánico tienen, por lo tanto, las siguientes desventajas:

1) Con el fin de convertir del modo más cuantitativo que sea posible el P_2O_5 de los fosfatos ácidos en ácido fosfórico libre, ha de emplearse un exceso de ácido mineral:

2) Los extractos orgánicos, además de ácido fos-

fórico, contienen ácido mineral en exceso, que debe ser -
eliminado mediante medidas adicionales y costosas.

Por lo tanto, fue misión del presente invento -
evitar las desventajas de los modos de trabajo hasta aho-
5 re utilizados y encontrar un dispositivo según el cual
se obtuviera ácido fosfórico a partir de fosfatos ácidos o
mezclas de fosfatos ácidos, con altos rendimientos y sin -
medidas de purificación adicionales en estado ampliamente
libre de ácido mineral, en una fase orgánica de disolven-
10 tes.

Sorprendentemente se ha encontrado ahora que es-
ta misión puede ser resuelta si una solución o suspensión
acuosa de los fosfatos es conducida en contracorriente con
respecto a una mezcla de un alcohol con 3 a 8 átomos de -
15 carbono, preferiblemente con 4 a 6 átomos de carbono, o a
una mezcla de dichos alcoholes y un ácido mineral fuerte,
en tal caso se emplea el alcohol o la mezcla de alcoholes
en una proporción en volumen, con respecto a la solución o
suspensión de fosfatos, de 2:1 hasta 20:1, preferiblemente
20 de 4:1 hasta 8:1; y el ácido mineral se emplea en una can-
tidad que es justamente suficiente para formar ácido fosfó-
rico de modo casi cuantitativo a partir de los fosfatos.
Además de ello, los contenidos de agua del alcohol o de la
mezcla de alcoholes, del ácido mineral y de la solución o
25 suspensión de fosfatos se escoge en tal caso de manera tal
que después del mezclado de estos componentes resulte una
fase de sales capaz de fluir, separada de la fase alcohó-

lica, la cual fase de sales es separada de la fase alcohólica. Ventajosamente, el procedimiento se lleva a cabo a temperaturas entre 5 y 80°C, preferiblemente entre 20 y 40°C.

5 A partir de las soluciones alcohólicas de ácido fosfórico obtenidas se puede recuperar a continuación el ácido fosfórico de modo conocido, por ejemplo por reextracción con agua o por separación del alcohol mediante destilación.

10 Según el invento se emplean preferiblemente alcoholes parcial o totalmente miscibles con agua, tales como isopropanol, butanol, alcohol amílico o mezclas de estos alcoholes.

El disolvente es mezclado previamente, de modo preferible con ácido clorhídrico concentrado, pero especialmente con ácido sulfúrico. La cantidad necesaria de ácido debe ser determinada por separado para cada caso particular de utilización, ya que el comportamiento de reacción de distintos fosfatos ácidos o mezclas de fosfatos ácidos es diferente a igualdad de cantidad de disolvente y a igualdad de cantidad de ácido mineral referida al P_2O_5 de las sales de fosfato - es decir que, por ejemplo, en el caso de la reacción de diferentes fosfatos ácidos o mezclas de fosfatos ácidos con la cantidad de ácido mineral necesaria para la conversión estequiométrica de las sales de fosfato en ácido fosfórico y sales minerales neutras se libera en grado diverso ácido fosfórico

15
20
25

y; por consiguiente, se recoge en la fase orgánica de disolvente más o menos cantidad de ácido mineral no consumido juntamente con el ácido fosfórico.

Es especialmente ventajoso llevar a cabo este proceso según el invento en un dispositivo y una forma de realización que se esboza y se describe a continuación.

Este dispositivo consiste en varios sedimentadores mezcladores 1, que están divididos mediante dos paredes separadoras 2 y 3 verticales, que se extienden por toda la anchura del sedimentador mezclador 1, en una cámara mezcladora A, en una cámara separadora B y en una cámara sedimentadora C. En este caso la cámara mezcladora A - que está provista con un mecanismo de agitación 4, con una conducción de aportación 5 para una mezcla del alcohol con el/ácido mineral y con un dispositivo de adición 6 para una solución o suspensión acuosa de los fosfatos - sirve para mezclar la mezcla de alcohol y ácido mineral con la solución o suspensión de fosfatos. Por el contrario, la cámara separadora B está prevista para la separación de la mezcla obtenida en la cámara mezcladora A en dos fases líquidas, de las cuales la fase inferior constituye una fase acuosa de sales y la fase superior constituye una fase de alcohol que contiene ácido fosfórico, mientras que la cámara sedimentadora C está equipada en su mitad superior con una abertura de salida 7 para la mencionada fase de alcohol. Las tres cámaras A, B y C están, por consiguiente, en comunicación entre sí, debido a que las dos paredes separa

doras 2 y 3 terminan por encima del fondo del sedimentador mezclador y la primera pared separadora 2, que se encuentra entre la cámara mezcladora A y la cámara separadora B tiene una menor altura que la segunda pared separadora 3, que está colocada entre la cámara separadora B y la cámara sedimentadora C. Además de ello, la primera pared separadora 2 está dispuesta de manera tal que su borde superior está a un nivel más bajo que el borde superior de la segunda pared separadora 3, de manera tal que para una parte de la fase alcohólica que se separa en la mitad superior de la cámara separadora B se hace posible un reflujó a la cámara mezcladora A. Además de ello, la segunda pared separadora 3 está dimensionada de modo tal que con su borde inferior llega hasta un nivel que está más bajo que el borde inferior de la primera pared separadora 2, por lo que la segunda pared separadora 3, a diferencia de la primera pared separadora 2, se sumerge en la fase acuosa de sales que se recoge por debajo de las cámaras A, B y C. Además de ello, la segunda pared separadora 3 está provista con un orificio de paso θ , que se encuentra por encima del límite entre fases de las dos fases líquidas que se separan en la cámara separadora B. Además de ello, los sedimentadores mezcladores individuales 1 están dispuestos uno con respecto al otro de manera tal que desde cada sedimentador mezclador 1 inmediatamente subsiguiente la conducción de evacuación, colocada junto al fondo del mismo, para la fase acuosa de sales -

forma al mismo tiempo el dispositivo de adición 6 para el sedimentador mezclador precedente, y la salida 7 de cada sedimentador mezclador precedente está unida con la conducción de aportación 5 de cada sedimentador mezclador -
5 subsiguiente.

Formas de realización ventajosas del dispositivo de acuerdo con el invento consisten en que la conducción de aportación 5 del primer sedimentador mezclador 1 está en comunicación con un recipiente 9 para la mezcla de alcohol y ácido mineral y el dispositivo de adición 6 del -
10 último sedimentador mezclador 1 está en comunicación con un recipiente 10 para la solución o suspensión de fosfatos y además porque los sedimentadores mezcladores 1, preferiblemente en cantidad de 3 a 6, están dispuestos unos sobre otros, estando unida a través de una bomba 11 la salida 7 de cada sedimentador mezclador precedente 1 con la conducción de aportación 5 del sedimentador mezclador 1 -
15 en cada caso subsiguiente.

Especialmente era sorprendente que fuese técnicamente posible conducir incluso suspensiones acuosas con, elevados contenidos de sustancia sólida, en varias etapas, en contracorriente con respecto a un alcohol. Esto se logra de acuerdo con el invento,

a) por el hecho de que en el sistema a base de sal, disolvente orgánico y ácido mineral está presente una cantidad
25 de agua tal que en todas las etapas del procedimiento está presente una papilla de sales capaz de fluir. En tal -

caso o bien la totalidad o bien sólo una parte del agua necesaria puede proceder de la suspensión de fosfatos introduciéndose, en el último caso, el agua restante mediante la utilización de alcoholes acuosos o mediante empleo de un ácido mineral adecuadamente diluido.

b) por el hecho de que los separadores mezcladores utilizados están estructurados de modo tal que después de un intenso mezclado de la fase alcohólica y de la fase acuosa de sales en la cámara mezcladora la mezcla pasa directamente a decir sin instalación de bombas y sin superar un nivel mediante una conducción tubular - a la cámara separadora y sedimentadora en donde, a causa de la gran diferencia de densidades, se efectúa una inmediata separación entre fases.

c) por el hecho de que la fase acuosa de sales es transportada desde un separador mezclador a los siguientes sin cooperación de una bomba, sólo utilizando una pendiente.

d) por el hecho de que la salida de la fase acuosa de sales es regulada, mediante una válvula controlada por medios neumáticos, de manera tal que la capa límite entre fases entre la fase alcohólica y la fase acuosa permanece a altura constante. La salida de la fase alcohólica se efectúa a través de un rebosadero.

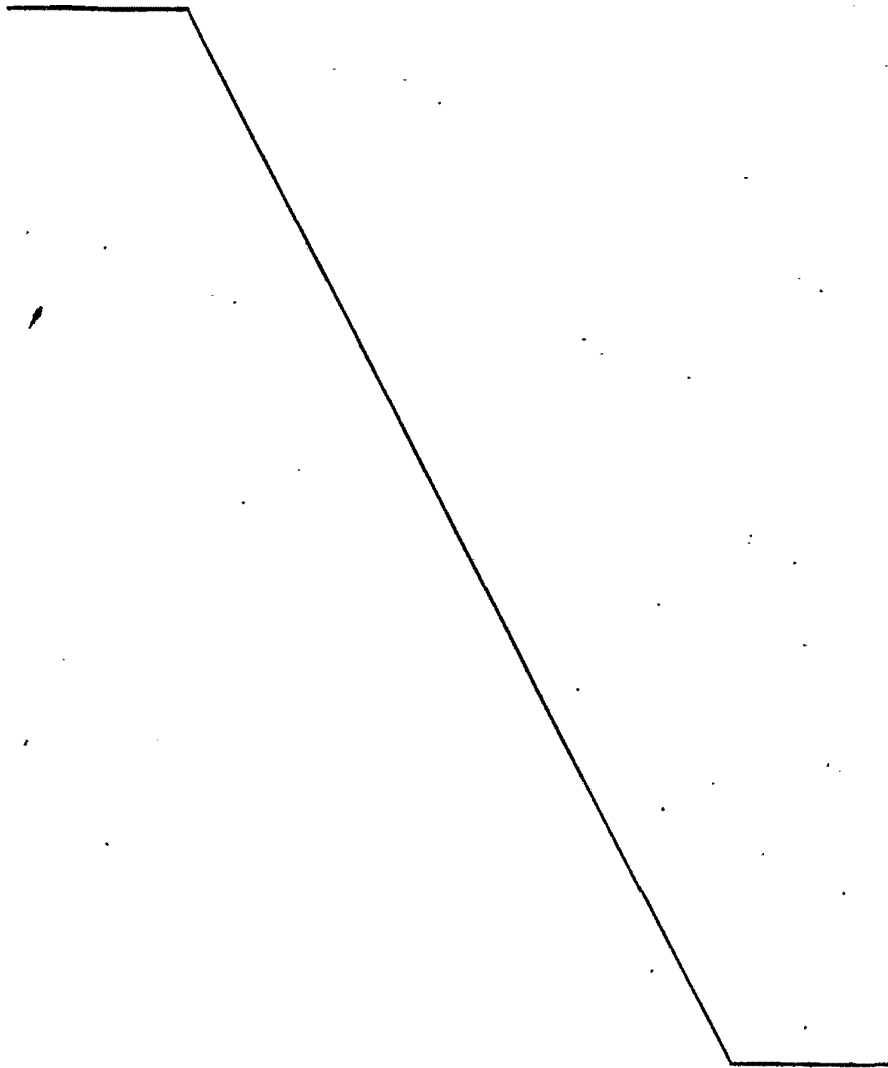
El dispositivo de acuerdo con el invento, para la obtención de ácido fosfórico a partir de fosfatos ácidos, se va a explicar con mayor detalle con ayuda del siguiente esquema.

La solución o suspensión de sales llaga desde el recipiente 10 en primer término al sedimentador mezclador superior 1 y a continuación a los restantes sedimentadores mezcladores, en donde es puesta en contacto en contracorriente con la mezcla de alcohol y ácido mineral transportada desde el recipiente 9.

Cada sedimentador mezclador 1 está dividido en tres cámaras: En la cámara mezcladora A se mezclan, agitando, la fase alcohólica y la fase acuosa de sales para formar una mezcla, que pasa por debajo de la primera pared separadora 2 de modo continuo a la cámara separadora B, en donde tiene lugar una separación de las dos fases desde la mezcla. La fase de alcohol específicamente más ligera, que en ciertos casos contiene todavía pequeñas porciones de sustancias turbias sólidas, circula en parte por encima de la primera pared separadora 2 de retorno a la cámara mezcladora A, y en parte a través de un orificio de paso 8 en la segunda pared separadora 3 para pasar a la cámara C, desde donde sale después de total clarificación. En tal caso la segunda pared separadora 3 está colocada de modo tal que se sumerge en la fase de sales que se recoge por debajo de las tres cámaras, con lo cual la cámara C es totalmente protegida con respecto de la turbulencia de la cámara B y se proporciona una zona eficaz de sedimentación. La salida de la fase de sales es regulada mediante una válvula controlada por medios neumáticos, de modo tal que la capa límite entre la fase más ligera y la

fase más pesada permanece en un nivel constante.

En el funcionamiento del dispositivo de tres etapas representado en el esquema, a partir del fondo del sedimentador mezclador inferior sale una fase acuosa de sales consistente en lo esencial en sales del ácido mineral añadido, la cual fase de sales es desechada, mientras que desde el sedimentador mezclador superior se retira la fase de alcohol que contiene ácido fosfórico.



- REIVINDICACIONES -

1^a.- Dispositivo para la preparación de soluciones alcohólicas de ácido fosfórico a partir de fosfatos -
ácidos o sus mezclas en presencia de agua y de un ácido mi-
5 neral fuerte, por extracción con alcoholes, donde una sus-
pensión acuosa de fosfatos es conducida en contracorriente
con respecto a una mezcla de alcoholes y un ácido mineral
fuerte, caracterizado porque consiste en varios sedimenta-
dores mezcladores que están divididos en dos paredes sepa-
10 radoras verticales, que se extienden por toda la anchura -
del sedimentador mezclador, en una cámara mezcladora, una
cámara separadora y una cámara sedimentadora, de las cuales
la cámara mezcladora que está provista con un mecanismo de
agitación, con una conducción de exportación para una mez-
15 cla de alcohol con el ácido mineral y con un dispositivo -
de adición para una solución o suspensión acuosa de los -
fosfatos sirve para mezclar la mezcla de alcohol y ácido
mineral con la solución o suspensión de fosfatos, la cámara
separadora está prevista para separar la mezcla obteni-
20 da en la cámara mezcladora en dos fases líquidas, de las -
cuales la fase inferior constituye una fase acuosa de sa-
les y la fase superior constituye una fase de alcohol que
contiene ácido fosfórico, y la cámara sedimentadora está -
equipada en su mitad superior con una salida para la men-
25 cionada fase de alcohol, estando las tres cámaras en comu-
nicación entre sí de modo tal que las dos paredes separa-
das terminan por encima del fondo del sedimentador mezcla-

dor, la primera pared separadora, que se encuentra entre -
la cámara mezcladora y la cámara separadora, tiene una al-
tura menor que la segunda pared separadora, que está colo-
cada entre la cámara separadora y la cámara sedimentadora,
5 y está dispuesta de modo tal que su arista superior se en-
cuentra a un nivel más bajo que la arista superior de la
segunda pared separadora, de manera tal que para una parte
de la fase alcohólica que se separa en la mitad superior -
de la cámara separadora se hace posible un reflujó a la cá-
10 mara mezcladora, y la segunda pared separadora está dimen-
sionada además de ello de modo tal que con su arista infe-
rior se extiende hasta un nivel, que está más bajo que la
arista inferior de la primera pared separadora, de manera
que la segunda pared separadora, a diferencia de la prime-
15 ra pared separadora, se sumerge en la solución acuosa de
sales que se recoge por debajo de las cámaras, estando pro-
vista además la segunda pared separadora con un orificio -
de paso, que se encuentra por encima del límite entre fa-
ses de las dos fases líquidas que se separan en la cámara
20 separadora, y en donde además desde cada sedimentador mez-
clador en cada caso subsiguiente la conducción de evacua-
ción, colocada junto al fondo del mismo, para la fase acuo-
sa de sales forma al mismo tiempo el dispositivo de adi-
ción para el sedimentador mezclador precedente, y la sali-
25 da de cada sedimentador mezclador precedente está unida -
con la conducción de aportación de cada sedimentador mez-
clador subsiguiente.

2º.- Dispositivo, según la reivindicación anterior, caracterizado porque la conducción de aportación del primer sedimentador mezclador está en comunicación con un recipiente para la mezcla de alcohol y ácido mineral y el dispositivo de adición del último sedimentador mezclador está en comunicación con un recipiente para la solución o suspensión de fosfatos.

3º.- Dispositivo, según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque los sedimentadores mezcladores están dispuestos unos sobre otros y la salida de cada uno de los sedimentadores mezcladores precedentes está comunicada a través de una bomba con la conducción de aportación del sedimentador mezclador en cada caso subsiguiente.

4º.- Dispositivo, según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque en su caso consiste en 3 a 6 sedimentadores mezcladores.

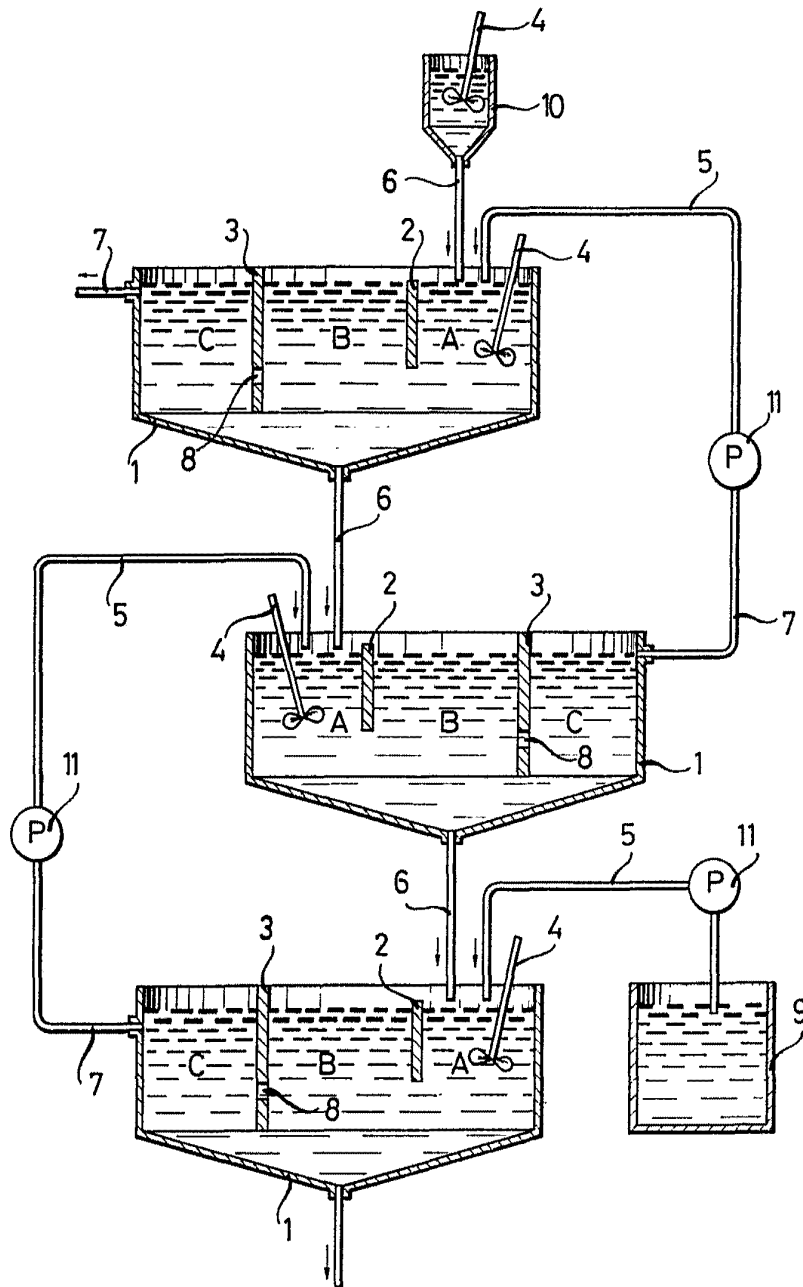
5º.- "DISPOSITIVO PARA LA PREPARACION DE SOLUCIONES ALCOHOLICAS DE ACIDO FOSFORICO A PARTIR DE FOSFATOS ACIDOS".

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

Madrid, 14 FEB 1978

CARLOS FERNANDEZ SANDELAN
P P





Escala variable

Madrid, 14 Febrero 1978

CARLOS FERNÁNDEZ GARCÍA
P P