

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 542 524**

51 Int. Cl.:

C01B 25/28 (2006.01)
B01D 11/04 (2006.01)
C01B 25/46 (2006.01)
C05B 11/08 (2006.01)
C05B 7/00 (2006.01)
C05C 3/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **18.09.2009 E 09845317 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **06.05.2015 EP 2435364**

54 Título: **Producción de fosfatos de amonio**

30 Prioridad:

27.05.2009 SE 0950376

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

06.08.2015

73 Titular/es:

**EASYMINING SWEDEN AB (100.0%)
Box 322
751 05 Uppsala, SE**

72 Inventor/es:

COHEN, YARIV

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

Observaciones :

Véase nota informativa (Remarks) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes

ES 2 542 524 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Producción de fosfatos de amonio

Campo técnico

5 La presente invención se refiere en general a la producción de fosfatos de amonio a partir de disoluciones que contienen fósforo.

Antecedentes

10 La roca de fosfato (apatita) es la fuente comercial principal de fósforo. La mayor parte de la producción de fosfato mundial se usa para fabricar fertilizantes para sostener la producción agrícola. La calidad de las reservas de fósforo está disminuyendo, y el coste de extracción y procesamiento está aumentando. Pueden estar presentes en la roca de fosfato metales pesados asociados, como el cadmio sustituyendo al calcio, requiriéndose una separación. Varios países restringen los niveles de metales pesados en los fertilizantes. Por ejemplo, en Suecia los fertilizantes P que tienen contenidos de cadmio por encima de 5 mg de Cd/kg de P están gravados con un impuesto. Algunos productores europeos de fertilizantes han cambiado a proveedores que importan sólo materia prima que tiene límites de cadmio establecidos.

15 Todas las sales de fosfato solubles en agua, tales como fertilizantes solubles, son derivados del ácido fosfórico. El ácido fosfórico se produce comercialmente mediante un proceso "húmedo" o bien térmico. La digestión húmeda de la roca de fosfato es el procedimiento más común. El procesamiento térmico consume mucha energía, y por lo tanto es costoso. Por esa razón, las cantidades de ácido producido térmicamente son mucho más pequeñas, y se usan principalmente para la producción de fosfatos industriales.

20 El ácido fosfórico para producción de fertilizantes está basado casi únicamente en la digestión húmeda de la roca de fosfato. El procedimiento está basado principalmente en la disolución de la apatita con ácido sulfúrico. El procedimiento está basado principalmente en la disolución de apatita con ácido sulfúrico. Después de la disolución de la roca, el sulfato de calcio (yeso) y el ácido fosfórico son separados por filtración. Para producir ácido fosfórico de calidad comercial, se requieren altas concentraciones de ácido, y se evapora el agua. El sulfato de calcio existe en varias formas cristalinas, dependiendo de las condiciones prevalecientes, tales como temperatura, concentración de fósforo en la suspensión, y nivel de sulfato libre. El sulfato de calcio es precipitado como dihidrato ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) o bien como hemihidrato ($\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$). El ácido fosfórico producido mediante este procedimiento se caracteriza por una baja pureza.

25 Todas las sales de fosfato de amonio derivan del ácido fosfórico. El ácido fosfórico de calidad comercial, que tiene una concentración de aproximadamente 54% de P_2O_5 , es neutralizado con amoniaco para formar fosfato de monoamonio (MAP) o bien fosfato de diamonio (DAP) controlando la relación molar de amoniaco a ácido fosfórico durante el procedimiento de neutralización. El amoniaco se usa en forma líquida o gaseosa. Se prefiere normalmente amoniaco anhidro líquido, dado que es necesario un aporte extra de calor desde otros sistemas para vaporizar el amoniaco líquido hasta una forma gaseosa. La neutralización del ácido fosfórico de calidad comercial con amoniaco se realiza normalmente en varias etapas, usando varios recipientes de reacción. La relación molar de amoniaco a ácido fosfórico en el/los pre-reactor/es es mantenida normalmente a un nivel que da la máxima solubilidad para la suspensión (entre 1,4 y 1,45 para la producción de DAP, y normalmente menos que 1 para la producción de MAP). Para el control de la operación, la relación molar de amoniaco a ácido fosfórico se determina monitorizando el pH de la suspensión. El exceso de calor de la reacción es retirado del/de los preneutralizador/es añadiendo agua al/a los reactor/es. La evaporación del agua enfría la suspensión. Cuando la relación molar de amoniaco a ácido fosfórico es aumentada por encima de 1, el amoniaco sin reaccionar escapa del reactor y los vapores gaseosos liberados deben ser lavados con un ácido. La suspensión del/de los reactor/es de preneutralización, que contienen normalmente entre 16 y 23% de agua, es alimentada normalmente a un amoniodor-granulador para completar la adición de amoniaco para el producto deseado. La compleción de la neutralización y la evaporación adicional del agua da como resultado que se forman partículas sólidas. Es necesario recuperar el amoniaco no reaccionado de los vapores gaseosos lavando con un ácido. Después de esto, los fosfatos de amonio sólidos son secados normalmente en un reactor independiente para reducir el contenido de humedad. La pérdida de amoniaco desde el secador es recuperada normalmente lavando con ácido. Los fosfatos de amonio sólidos son enfriados normalmente haciendo pasar aire a través de un reactor de enfriamiento.

30 Para varias aplicaciones, tales como fertilización por irrigación (la aplicación de fertilizantes solubles en agua en el agua de irrigación) y fertilización foliar (rociado de fertilizantes en las hojas) hay una necesidad de fosfatos de amonio totalmente solubles para evitar el atascamiento del equipo de fertilización por irrigación por los sólidos no disueltos. El ácido fosfórico de procedimiento húmedo contiene una cantidad sustancial de impurezas, tales como hierro, aluminio, calcio, magnesio, cadmio, etc., que forman sólidos insolubles en agua tras la neutralización con amoniaco, y por tanto los fosfatos de amonio de calidad fertilizante no son completamente solubles en agua. Por lo tanto, se deben producir especialmente fertilizantes P totalmente solubles para fines de fertilización por irrigación a partir de ácido fosfórico purificado.

La tecnología actual para la purificación de ácido fosfórico está basada en la extracción de ácido fosfórico impuro de

procedimiento húmedo en un disolvente orgánico (cetonas, fosfatos de trialquilo, alcoholes, etc.) seguido de extracción inversa con agua formando un ácido fosfórico diluido y puro, que es concentrado después por evaporación de agua. El ácido fosfórico purificado es neutralizado después con amoníaco, formando productos de fosfatos de amonio totalmente solubles según el procedimiento descrito anteriormente.

- 5 En general, se pueden identificar dos procedimientos para la extracción con disolventes de ácido fosfórico: a) extracción parcial de ácido fosfórico a partir de disoluciones concentradas, y b) extracción completa de ácido fosfórico en presencia de otros ácidos o sales.

La extracción parcial de ácido fosfórico a partir de ácido fosfórico concentrado producido por digestión de apatita con ácido sulfúrico es el procedimiento más común. En este procedimiento, sólo es extraído parte del ácido fosfórico en una fase orgánica. El ácido fosfórico no extraído restante, junto con las impurezas metálicas, se usa para la producción de sales de fosfato de calidad baja, tales como diferentes fertilizantes. Se puede usar en este procedimiento cualquier disolvente capaz de solvatar ácido fosfórico, tanto disolventes que tengan un coeficiente de distribución razonablemente constante a concentraciones bastante bajas, tales como alcoholes, como disolventes que muestren muy poca capacidad de extracción para ácido fosfórico por debajo de una concentración umbral específica, es decir, el coeficiente de distribución es dependiente de la concentración de manera muy marcada, tal como para éteres, ésteres y cetonas seleccionadas.

Una estrategia diferente es obtener una extracción completa del ácido fosfórico en presencia de altas concentraciones de otros ácidos o sales. La adición de un segundo ácido tal como H_2SO_4 (patente de EE.UU. 3.573.005) o una sal tal como CaCl_2 (patente de EE.UU. 3.304.157) puede mejorar el coeficiente de distribución (la relación de distribución de soluto entre las fases orgánica y acuosa) del ácido fosfórico incluso a concentraciones de ácido fosfórico bastante bajas. Aunque el ácido añadido es extraído también por el disolvente, su proporción en el disolvente orgánico es normalmente menor que en la disolución de alimentación. Son disolventes adecuados alcoholes, fosfatos de trialquilo tales como fosfato de tributilo, etc., que muestran coeficientes de distribución razonablemente constantes a concentraciones de ácido fosfórico bastante bajas. El método se recomienda para extraer ácido fosfórico del ácido fosfórico impuro remanente que resulta del procedimiento de extracción parcial. Una desventaja principal de esta estrategia es que la fase acuosa final es rica en el ácido añadido (es decir, ácido sulfúrico) o sales, junto con impurezas, lo que podría no tener un uso final.

Las desventajas de las tecnologías de última generación para la producción de fosfatos de amonio son numerosas. El ácido fosfórico producido a partir del filtro de yeso no es adecuado para la fabricación directa de sales de fosfato de amonio. El ácido debe ser concentrado adicionalmente por evaporación de agua hasta una concentración de ácido fosfórico adecuada (normalmente aproximadamente 54% de P_2O_5). Normalmente, la concentración de ácido fosfórico se hace en tres etapas. El ácido débil del filtro (28% de P_2O_5) es evaporado hasta 40% de P_2O_5 en un evaporador de vacío de etapa única. Después, el ácido es aclarado para retirar los sólidos precipitados, y el ácido aclarado es concentrado después hasta 54% de P_2O_5 en dos etapas. La concentración entre etapas es aproximadamente 48% de P_2O_5 . El ácido de 54% de P_2O_5 se usa para la producción de fosfato de amonio según el procedimiento descrito anteriormente.

Concentrar ácidos mediante evaporación es un procedimiento que consume mucha energía. La cantidad de vapor requerida para concentrar ácido fosfórico varía normalmente entre 2,5-5 toneladas de vapor por tonelada de fósforo, dependiendo de las condiciones de producción. La demanda de energía para la concentración de ácido fosfórico es un gran coste de producción. Son necesarios equipos caros tales como sistemas de distribución de vapor, evaporadores, lavadores de gases efluentes, sistemas de condensación, sistemas de agua de enfriamiento, sistemas de tratamiento de efluentes líquidos e instalaciones de almacenamiento de ácidos para la producción de ácido fosfórico de calidad comercial. Además, se necesitan equipos adicionales para la neutralización de ácido fosfórico con amoníaco en varias etapas, secado, enfriamiento y lavado del amoníaco de vapores gaseosos. Una gran desventaja es que la calidad del fosfato de amonio producto es fijada por la calidad de la materia prima de apatita. Los fosfatos de amonio producidos de calidad fertilizante están contaminados generalmente con metales pesados tales como cadmio, y no son totalmente solubles, y por lo tanto no son adecuados para el uso en aplicaciones tales como la fertilización por irrigación.

La producción de sales de fosfato de amonio completamente solubles (calidad técnica) es más compleja, y requiere la purificación de ácido fosfórico de calidad comercial por extracción con disolventes antes de la neutralización con amoníaco. Los costes de energía para la evaporación de agua en este procedimiento son mucho más altos, dado que el ácido fosfórico necesita ser concentrado dos veces: a) el ácido debe ser concentrado antes de la extracción con disolventes, y b) el ácido fosfórico purificado es diluido y tiene que ser concentrado de nuevo por evaporación de agua. Equipos adicionales para la producción de fosfatos de amonio totalmente solubles incluyen instalaciones para pretratamiento antes de la extracción con disolventes, equipos de extracción líquido-líquido, equipos de purificación líquido-líquido y evaporadores para concentrar ácido purificado.

La patente de EE.UU. 3.298.782 describe un procedimiento para la purificación de ácido fosfórico de procedimiento húmedo que consiste en a) extraer ácido fosfórico de una fase acuosa a una fase orgánica de alcohol-amina, b) separar la fase de alcohol-amina de la fase acuosa, y c) recuperar ácido fosfórico purificado de la fase de alcohol-amina. El objetivo principal era recuperar ácido fosfórico purificado por extracción inversa con agua. En el texto se

menciona también que las sales de fosfato pueden ser recuperadas de la fase de alcohol-amina por reacción con una base. En uno de los ejemplos, se usó una disolución acuosa de amoníaco para retirar el fosfato de la fase orgánica a una fase acuosa.

5 La patente de EE.UU. 3.458.282 describe un método para purificar ácido fosfórico utilizando una amina disuelta en un diluyente orgánico (p.ej., queroseno) como fase extractante para retirar ciertas impurezas del ácido fosfórico o bien extraer el ácido fosfórico de la fase acuosa. Cuando el ácido fosfórico fue extraído con el disolvente de amina-diluyente, el principal objetivo era obtener ácido fosfórico acuoso purificado por extracción inversa con agua, u
10 obtener una disolución acuosa de sal de fosfato por reacción con una base acuosa. En el texto de la patente también se menciona que puede ser posible retirar el fosfato de la amina vaporizando el diluyente orgánico y tratando el material restante con un disolvente acuoso o un gas tal como amoníaco para precipitar fosfato. Vaporizar y condensar cantidades muy grandes de un diluyente orgánico tal como el queroseno es tanto costoso como complejo.

15 La patente de EE.UU. 3.894.143 describe un procedimiento para obtener fosfato de amonio cristalizado de buena calidad a partir de ácido fosfórico de procedimiento húmedo y amoníaco. El procedimiento consiste en a) formar una mezcla de ácido fosfórico acuoso y acetona en la que todos los componentes son miscibles con el agua, b) precipitar las impurezas por adición de amoníaco y separar las impurezas precipitadas para formar una mezcla purificada, c) poner en contacto la mezcla purificada con amoníaco para producir cristales de fosfato de amonio y un líquido sobrenadante, y d) separar los cristales de fosfato de amonio del líquido sobrenadante y destilar el sobrenadante para separar la acetona para reciclado. Las desventajas de este método incluyen la destilación de grandes
20 cantidades de acetona, un rendimiento limitado de fosfatos de amonio, y la producción de grandes cantidades de efluentes de fosfato de amonio acuoso diluido. El procedimiento, por lo tanto, no fue aplicado en la industria.

25 En la solicitud de patente internacional publicada WO 2008/115121, se describen un método y una disposición para la recuperación de fósforo. Los iones de fósforo son extraídos de las disoluciones adsorbiendo los iones de fósforo en un depurador y liberando los iones de fósforo en un eluato durante la regeneración del depurador. La regeneración es realizada por amoníaco. Los aniones de fosfato son precipitados en la forma de fosfato de triamonio tras la introducción de cantidades en exceso de amoníaco. El amoníaco que permanece en disolución después de la precipitación de fosfato de triamonio es reutilizado para regenerar el depurador. Por desgracia, el fosfato de triamonio es inestable a temperatura ambiente y presión atmosférica, dando como resultado la descomposición del cristal acompañada de liberación de amoníaco. Tal sólido cristalino inestable no es adecuado para el uso directo en
30 agricultura.

35 En la patente de EE.UU. 3.415.619, se describe un procedimiento para preparar fosfato de amonio. Se consigue fosfato de amonio soluble en agua extrayendo un ácido fosfórico acuoso sustancialmente exento de hierro, derivado de la reacción de una mena que contiene fosfato de calcio y un ácido mineral fuerte, en un extractante de fosfato de triamonio inmiscible con el agua, separando el extractante cargado con ácido fosfórico de la fase acuosa residual, retirando las impurezas de calcio de la misma, poniendo en contacto el extractante cargado con ácido fosfórico con amoníaco anhidro a una temperatura de entre aproximadamente 20 y 90 °C, y separando fosfato de amonio soluble en agua, sólido, del extractante. El fosfato de amonio sólido es indicado para ser lavado con disolventes hidrocarbonados de bajo punto de ebullición para retirar extractante orgánico adherido al mismo.

40 En la patente de EE.UU. 3.342.579, se describe polifosfato de amonio lentamente soluble y métodos para su fabricación. Un aparato tiene un recipiente con un agitador y entradas para un ácido superfosfórico y amoníaco anhidro. El material reaccionado es filtrado para obtener un producto sólido de cristales.

La patente británica GB 636.035 describe mejoras de procedimientos de producción de fosfato de diamonio. Se introduce fosfato de monoamonio en una disolución de fosfato de diamonio en un reactor y se alimenta amoníaco anhidro al reactor. Los cristales de fosfato de diamonio se recogen en el fondo de la cámara.

45 La patente de EE.UU. 4.781.905 describe un procedimiento para producir ácido fosfórico y/o fosfatos a partir de ácido fosfórico de procedimiento húmedo y un extractante en el mismo. Se extrae un ácido bruto con una mezcla de disolventes inmiscible con el agua que consiste en óxido de trialkilfosfina mixta y un diluyente. Una parte de P₂O₅ en el ácido bruto es extraída en la mezcla de disolventes, y el resto permanece en el refinado. Se producen ácido fosfórico puro o fosfatos lavando el disolvente cargado con una fase acuosa apropiada, y se obtiene fertilizante de fosfato de calcio secundario neutralizando el refinado con carbonato de calcio.
50

55 El documento EP 0 248 256 A2 describe un procedimiento para la producción de fosfato de amonio donde una mena que contiene iones de fosfato y de calcio es atacada con ácido nítrico, la mezcla reaccionante resultante se trata con un disolvente orgánico polar para formar una disolución acuosa que contiene trazas de disolvente, impurezas y nitrato de calcio y un extracto orgánico que contiene ácido fosfórico y ácido nítrico, el extracto orgánico es purificado y amoniacado para formar un precipitado de fosfato de mono- y/o diamonio, una fase ligera que contiene el disolvente, y una fase acuosa pesada que contiene nitrato de amonio y fosfato de amonio, la fase ligera es separada y reciclada a la etapa de extracción, el precipitado de fosfato de amonio es separado de la fase acuosa pesada, el fosfato de amonio separado es lavado, las aguas de lavado del fosfato de amonio y parte de la fase acuosa pesada que contiene nitrato de amonio y fosfato de amonio es reciclada a la etapa de purificación, mientras que la disolución

acuosa de la etapa de purificación es circulada hacia la etapa de extracción.

La patente de EE.UU. 3.443.889 describe un procedimiento para la fabricación de cristales de fosfato de monoamonio donde los cristales se lavan con una disolución saturada de fosfato de amonio.

5 Hay una necesidad de un método mejorado para la producción de fosfatos de amonio totalmente solubles tales como fosfato de monoamonio (MAP) o fosfato de diamonio (DAP), en el que los costes asociados con la concentración de ácido fosfórico por evaporación del agua sean excluidos.

Compendio

10 Un objeto general de la presente invención es mejorar los métodos y dispositivos para la producción de fosfato de amonio a partir de disoluciones que contienen fósforo. Un objeto adicional de la presente invención es proporcionar un método para la producción de fosfatos de amonio totalmente solubles sin la necesidad de concentrar el ácido fosfórico por evaporación de agua. Otro objeto de la presente invención es proporcionar un método rentable para la producción de fosfatos de amonio sin la necesidad de secar y lavar el amoniaco de vapores efluentes. Un objeto adicional de la presente invención es proporcionar fosfatos de amonio recuperados en una forma que pueda ser utilizada fácilmente para fines de fertilización.

15 Los objetos anteriores se consiguen mediante métodos y dispositivos según las reivindicaciones de patente adjuntas. En palabras generales, en un primer aspecto, un método para la producción de fosfatos de amonio comprende la provisión de una fase líquida inmiscible con el agua cargada con fósforo, la adición de amoniaco anhidro a la fase líquida inmiscible con el agua, la precipitación de fosfato de monoamonio y/o fosfato de diamonio de la fase líquida inmiscible con el agua y la extracción del fosfato de monoamonio y/o fosfato de diamonio de la fase líquida inmiscible con el agua. El método comprende además el control de una temperatura de la fase líquida inmiscible con el agua durante la adición y precipitación a un intervalo de temperaturas predeterminado.

20 En un segundo aspecto, una disposición para la producción de fosfatos de amonio comprende un volumen de mezcla. El volumen de mezcla tiene una entrada adaptada para una fase líquida inmiscible con el agua cargada con fósforo y una entrada adaptada para la adición de amoniaco anhidro a la fase líquida inmiscible con el agua. La disposición comprende además un intercambiador de calor dispuesto en contacto térmico con la fase líquida inmiscible con el agua. Está dispuesto un controlador para hacer funcionar el intercambiador de calor para mantener la fase líquida inmiscible con el agua en el volumen de mezcla dentro de un intervalo de temperaturas predeterminado. La disposición también comprende un separador de precipitados dispuesto para retirar los cristales de fosfato de monoamonio y/o fosfato de diamonio del volumen de mezcla.

25 Preferiblemente, el fósforo es extraído en la fase líquida inmiscible con el agua cargada con fósforo de las disoluciones por adsorción del fósforo en un depurador líquido que tiene afinidad por el fósforo, creando de este modo la fase líquida inmiscible con el agua cargada con fósforo. El fósforo es retirado por la adición de amoniaco anhidro desde el depurador líquido durante la regeneración del depurador. La temperatura del depurador líquido es mantenida preferiblemente por debajo de su punto de ebullición. El depurador regenerado es reciclado preferiblemente de manera continua a fin de extraer el fósforo de disoluciones de alimentación adicionales.

30 Los fosfatos de amonio cristalino separados son lavados, preferiblemente con una disolución acuosa en la que el pH es controlado a un nivel predeterminado. El depurador que está adherido inicialmente a los cristales es separado de la fase acuosa densa en un separador de fases. El depurador así separado es reciclado de manera continua a fin de extraer el fósforo de una disolución de alimentación. La disolución de lavado acuosa es reciclada también para un lavado adicional.

35 Los cristales de fosfato de amonio lavados son secados después. El secado puede ser realizado al menos en parte por el calor obtenido del procedimiento de intercambio de calor que enfría la mezcla de amoniaco anhidro con ácido fosfórico.

40 La invención proporciona la extracción de fósforo de corrientes de proceso en forma de productos de alta calidad, tales como fertilizantes de fosfato de amonio, de una manera respetuosa con el medio ambiente y rentable. La invención permite la producción de MAP o DAP independientemente de la composición inicial de los cristales precipitados. Según la invención, el fósforo puede ser recuperado como un producto inorgánico soluble en agua, concentrado, de una alta calidad, es decir, con alta disponibilidad del fósforo para las plantas y mínima contaminación por metales pesados. Otra ventaja de la presente invención es que permite reutilizar el depurador sin necesidad de destilar grandes cantidades de depurador líquido.

Breve descripción de los dibujos

La invención, junto con objetos adicionales y ventajas de la misma, puede ser entendida mejor haciendo referencia a la siguiente descripción, tomada junto con los dibujos acompañantes, en los que:

La FIG. 1 es un esquema de bloques de una realización de una disposición para la recuperación de fósforo;

La FIG. 2 es un esquema de bloques de una realización de una disposición para la producción de fosfatos de amonio según la presente invención;

La FIG. 3 es un diagrama de flujo de una realización de un método según la presente invención; y

5 Las FIGS. 4 y 5 son esquemas de bloques de otras realizaciones de una disposición para la producción de fosfatos de amonio según la presente invención.

Descripción detallada

En todos los dibujos, se usan los mismos números de referencia para elementos similares o correspondientes.

Alguna terminología usada a menudo en la presente descripción es para ser interpretada como sigue:

10 Depurador - material que tiene afinidad por especies de solutos, p.ej. material que adsorbe iones o ácidos, por mecanismos de asociación iónica o solvatación. El término comprende diferentes tipos de extractantes contenidos en disolventes.

Disolvente - Una fase líquida, típicamente orgánica, que disuelve preferentemente especies de solutos extraíbles de una disolución acuosa.

Extractante - Un componente activo, típicamente orgánico, de un disolvente que permite la extracción.

15 Extracción con disolvente (extracción líquido líquido) - La separación de uno o más solutos de una mezcla por transferencia de masa entre fases inmiscibles en las que al menos una fase es típicamente un líquido orgánico.

Regeneración - El desplazamiento por el depurador de los iones o ácidos retirados de la disolución del proceso para hacer al depurador listo para su reutilización.

Diluyente - Un líquido, típicamente orgánico, en el que está disuelto un extractante para formar un disolvente.

20 Refinado - Una fase acuosa de la que un soluto ha sido retirado por extracción.

El principal objetivo de la invención es proporcionar un método sencillo y rentable para la producción de fosfatos de amonio. El método permite la producción de fosfatos de amonio sin necesidad de concentrar ácido fosfórico por evaporación de agua. Además, el método permite la producción de sales de fosfato de monoamonio o fosfato de diamonio totalmente solubles y puras.

25 Una posible estrategia general para la producción de fosfatos de amonio a partir de ácido fosfórico es extraer el ácido fosfórico en un disolvente orgánico y usar amoniaco como medio para precipitar fosfatos de amonio directamente de la fase orgánica. Como se encontrará más adelante, el uso de amoniaco líquido anhidro o amoniaco anhidro gaseoso resulta ser favorable. El amoniaco líquido anhidro o amoniaco anhidro gaseoso no fue ensayado como medio para precipitar fosfatos de amonio directamente de una fase orgánica en la patente de EE.UU. 3.298.782 y la patente de EE.UU. 3.458.282. Una razón para no ensayar tales alternativas puede ser que hay varias dificultades principales asociadas con tal estrategia general, tales como una carga de ácido fosfórico no suficiente en la fase orgánica a bajas concentraciones de ácido fosfórico, problemas de generación de calor y evaporación del disolvente, pérdida del costoso disolvente que se adhiere a precipitados, dificultades para predecir la forma del fosfato de amonio precipitado, y dificultades para separar impurezas. Las dificultades son descritas en el siguiente texto, y deben ser vencidas para dar una estrategia interesante comercialmente.

30

35

Los disolventes usados para la purificación de ácido fosfórico tales como cetonas, fosfatos de triálquilo y alcoholes requieren altas concentraciones de ácido fosfórico en la disolución de alimentación, a fin de obtener una carga de ácido fosfórico suficientemente alta en la fase orgánica para que un procedimiento de extracción líquido-líquido sea práctico. El uso de tales disolventes requiere la concentración del ácido fosfórico por evaporación del agua antes de la extracción del ácido fosfórico.

40

Incluso aunque se pueda conseguir una carga de ácido fosfórico suficientemente alta en la fase orgánica, para que el procedimiento de extracción líquido-líquido sea práctico, se sabe que la reacción de amoniaco con ácido fosfórico concentrado es altamente exotérmica, lo que podría conducir a la evaporación del disolvente. Purificar un disolvente, cargado con ácido fosfórico, con una base acuosa genera una cantidad sustancial de calor. El problema de tal generación de calor se describe en la patente de EE.UU. 4.112.118, que se refiere a un procedimiento para preparar sales de fosfato a partir de ácido fosfórico extraído en un disolvente orgánico por tratamiento con una base acuosa. A fin de minimizar la producción de calor, la relación molar de base a ácido fosfórico tuvo que ser reducida a entre 0,1:1 y 0,5:1, a fin de permitir que el procedimiento fuera operacional. Esto enfatiza el problema con la evolución de calor y la evaporación del disolvente cuando se precipita fosfato de monoamonio (MAP) o fosfato de diamonio (DAP) con amoniaco anhidro directamente en la fase orgánica, dado que la relación molar de amoniaco a ácido fosfórico tiene que estar por encima de 1. Es difícil también predecir la cantidad de calor generado cuando reacciona amoniaco anhidro y ácido fosfórico en una mezcla de disolventes específica, dado que los datos de entalpía son específicos para cada mezcla de disolventes, y deben por lo tanto ser determinados experimentalmente.

45

50

Además de las dificultades debidas a la generación de calor y la evaporación del disolvente, se espera que grandes cantidades de disolvente permanezcan adheridas a los cristales de fosfato de amonio precipitados, y la pérdida de la costosa mezcla de disolventes sería económicamente inaceptable, al menos en algunas aplicaciones. La retirada del disolvente adherido por destilación es difícil, dado que el punto de ebullición para disolventes tales como fosfato de tributilo (289°C) supera el punto de fusión para el fosfato de monoamonio (190°C). Además, el procedimiento debe ser controlado para producir sales de fosfato de amonio estables, tales como fosfatos de monoamonio y fosfatos de diamonio, que son los productos finales deseados. Finalmente, deben ser identificados métodos para la retirada de impurezas tales como metales, sílice, flúor, etc., a fin de que tal procedimiento sea aplicable.

Todas las dificultades mencionadas anteriormente ahora identificadas condujeron a que la estrategia general mencionada anteriormente no fue ensayada, y no se implementó en la industria antes de la presente invención.

A continuación, se describe en detalle en relación a la Fig. 1 una realización de un procedimiento para producir fosfatos de amonio a partir de un mineral que contiene fósforo según la presente invención. Sin embargo, aun siendo una estrategia ventajosa, la presente invención no está limitada a la recuperación de fósforo a partir de minerales, sino que es aplicable a muchos sistemas diferentes que proporcionan iones de fosfato/ácido fosfórico. Se puede usar un procedimiento similar con pequeñas modificaciones, p.ej., para extraer fósforo de ceniza de fangos de aguas residuales incinerados, ceniza de subproductos animales, corrientes ricas en P dentro de trabajos de tratamiento de aguas residuales, efluentes industriales, etc.

Se muestra en la Fig. 1 una realización de una disposición 100 para la recuperación de fósforo. El concentrado 2 de apatita obtenido por el beneficio de roca de fosfato extraída de mina es sometido a digestión con ácido 1 sulfúrico en un digester 4 según métodos conocidos, dando apatita 3 digerida. Los esquemas de proceso conocidos incluyen procedimientos de dihidrato, hemihidrato, hemihidrato-dihidrato y dihidrato-hemihidrato. El sulfato 5 de calcio (yeso) y una disolución 7 acuosa que contiene fósforo, en esta realización ácido fosfórico, son separados después por filtración en un separador 6 digester. El ácido 7 fosfórico de calidad filtración es pretratado opcionalmente para retirar impurezas por métodos conocidos. La disposición entera para la digestión de la apatita 4 y la separación de impurezas 6 puede ser vista como un pretratamiento para proporcionar una disolución de alimentación a un procedimiento de extracción líquido-líquido, es decir, una disolución 7 acuosa que contiene fósforo. La disolución de alimentación es provista a una disposición 10 para la producción de fosfatos de amonio, en esta realización provista por extracción líquido-líquido. La extracción líquido-líquido implica la transferencia selectiva de soluto entre dos fases inmiscibles, una fase acuosa y una fase orgánica. Las dos fases inmiscibles son mezcladas profusamente primero, a fin de facilitar la transferencia de soluto, y después son separadas.

A fin de recuperar fosfato de la disolución 7 acuosa que contiene fósforo, se utiliza un procedimiento de extracción líquido-líquido, donde una disolución acuosa de alimentación que contiene iones de fosfato/ácido fosfórico es expuesta a una fase orgánica (llamada aquí depurador). Los iones de fosfato/ácido fosfórico son extraídos de este modo en el depurador. Esto se describe en más detalle más adelante. En términos generales, la disposición 10 para la producción de fosfatos de amonio deriva fosfato 9 de amonio de la disolución 7 acuosa que contiene fósforo, dando un líquido 8 de proceso remanente, que se puede usar preferiblemente junto con el ácido 1 sulfúrico para digestión adicional.

Se ilustra en más detalle en la Fig. 2 una realización de una disposición 10 para la producción de fosfatos de amonio. Está dispuesta una sección 12 de extracción para permitir la adsorción de fósforo de una disolución 7 acuosa que contiene fósforo en un depurador 15 líquido que tiene afinidad por el fósforo. Una disolución acuosa agotada en fósforo sale de la sección 12 de extracción. Cuando se usa en conjunción con la disposición 100 para la recuperación de fósforo mostrada en la Fig. 1, la disolución acuosa agotada en fósforo se convierte en el líquido 8 de proceso remanente. Una salida de la sección 12 de extracción para el depurador 15 cargado con fósforo está conectada a una entrada 22 para una fase líquida inmiscible con el agua cargada con fósforo de un volumen 20 de mezcla, por lo que el depurador 15 cargado con fósforo forma una fase 14 líquida inmiscible con el agua cargada con fósforo. Como se discutirá también más adelante, una entrada 16 para el depurador 15 agotado en fósforo a la sección 12 de extracción está conectada, al menos indirectamente, al volumen 20 de mezcla. Esta entrada 16 para el depurador 15 agotado en fósforo está dispuesta así para reutilizar el depurador 15 regenerado formado en el volumen 20 de mezcla para la adsorción adicional de fósforo en la sección 12 de extracción.

Se puede usar en la extracción líquido-líquido de la sección de extracción cualquier disolvente orgánico (depurador) capaz de retirar fósforo de disoluciones acuosas. El mecanismo de extracción del fósforo puede ser asociación iónica, solvatación del ácido fosfórico o ambos. La composición del depurador debe ser seleccionada según la concentración de la alimentación de ácido fosfórico, la presencia de ácidos o sales adicionales, etc., a fin de obtener una alta capacidad de carga y un procedimiento de extracción operacional eficaz.

Procesar corrientes de ácido fosfórico diluido requiere el uso de depuradores con un fuerte poder de extracción para el fosfato. Son depuradores líquidos adecuados para extraer ácido fosfórico de disoluciones diluidas las aminas. En general, se pueden usar aminas líquidas primarias, secundarias y terciarias. Los extractantes de amina tienen una baja solubilidad en agua, buena miscibilidad con disolventes orgánicos, buena estabilidad química, alta selectividad y un fuerte poder de unión que permite la extracción de ácidos de disoluciones muy diluidas. Preferiblemente, se deben seleccionar aminas que tengan un átomo de nitrógeno unido a una molécula orgánica grande que contenga

más que siete átomos de carbono alifáticos o aromáticos. Tales aminas orgánicas son altamente solubles en disolventes orgánicos y casi insolubles en agua. En contacto con una disolución que contiene un ácido, la base de amina reacciona con el ácido para formar una carga positiva protonada, que se asocia con el anión del ácido. Las aminas orgánicas pueden extraer más ácido que la relación estequiométrica de 1 molécula de ácido por 1 molécula de amina mediante solvatación de moléculas de ácido neutras adicionales. En ácido fosfórico concentrado, son extraídas hasta cuatro moléculas de fosfato por molécula de amina líquida. Una alta concentración de aminas puede polimerizar para formar una tercera fase independiente, no deseada. Sin embargo, la formación de la tercera fase no deseada puede ser evitada disolviendo las aminas en otro disolvente orgánico que sea una base de Lewis fuerte, tal como fosfato de tributilo o alcoholes. Se usan preferiblemente mezclas de extractantes solvatantes juntos tales como fosfato de tributilo y aminas líquidas para extraer eficazmente fosfato tanto a altas como bajas concentraciones.

Los extractantes solvatantes son moléculas orgánicas líquidas que contienen átomos de oxígeno (alcoholes, ésteres, éteres, cetonas, fosfatos de trialquilo, amidas, etc.) que interactúan con el ácido fosfórico para formar asociaciones H. Durante este mecanismo, el extractante sustituye parte de las moléculas de agua y solvata la molécula de ácido fosfórico en la fase orgánica. La unión del ácido fosfórico es débil mediante la asociación H. Los extractantes solvatantes pueden ser divididos en dos grupos: a) disolventes que tienen un coeficiente de distribución razonablemente constante a concentraciones bastante bajas, tales como alcoholes, fosfato de tributilo, etc. y b) disolventes que muestran muy poca capacidad de extracción para el ácido fosfórico por debajo de una concentración umbral específica, es decir, el coeficiente de distribución es muy marcadamente dependiente de la concentración, tal como para éteres, ésteres y cetonas seleccionadas, p.ej., metilisobutilcetona. Para el procesamiento de ácido fosfórico de calidad filtración se prefiere usar mezclas de disolventes que tienen un coeficiente de distribución razonablemente constante a concentraciones bastante bajas, tales como fosfato de tributilo y aminas líquidas, que tienen un fuerte poder de extracción para el fosfato incluso a concentraciones muy bajas debido a un mecanismo de asociación iónica.

Extrayendo el ácido fosfórico con dos mecanismos acoplados uno al otro, es decir, adsorción de fosfato por asociación iónica y solvatación de ácido fosfórico neutro, las mezclas de extractantes solvatantes tales como fosfato de tributilo y aminas líquidas tales como trioctilamina son depuradores eficaces, tanto para corrientes de ácido fosfórico altamente concentradas como altamente diluidas. Los coeficientes de distribución implicados en la extracción de ácidos por tales depuradores son altos, lo que significa que el número de etapas de contacto necesarias es bajo. La relación de volumen orgánico a acuoso para extraer ácido fosfórico a partir de ácido fosfórico de calidad filtración que tiene una concentración de 5 M puede estar por debajo de 10:1, y preferiblemente por debajo de 5:1. La concentración de fosfato obtenida en el depurador está preferiblemente por encima de 1 M. Además, la mezcla de extractantes solvatantes y aminas líquidas es selectiva hacia aniones y no se une a metales cargados positivamente, lo que significa que los contaminantes metálicos son separados del ácido fosfórico extraído, quedando en la disolución acuosa.

El ácido fosfórico de calidad filtración es alimentado a un procedimiento de extracción líquido-líquido caracterizado por el depurador descrito anteriormente. El procedimiento de extracción líquido-líquido es preferiblemente un procedimiento de extracción líquido-líquido continuo que usa preferiblemente equipos de extracción líquido-líquido tales como columnas pulsadas. Sin embargo, se puede usar cualquier otro equipo de extracción líquido-líquido tal como columnas agitadas, columnas no agitadas, decantadores mezcladores, mezcladores en línea, contactores centrífugos, etc.

El refinado, que está agotado en fosfato, es tratado adicionalmente para retirar precipitados metálicos. Después se puede usar para la disolución de apatita o lavado de yeso (véase, p.ej., la Fig. 1).

El depurador, que está cargado con fósforo, es lavado opcionalmente para retirar impurezas co-extraídas, formando una fase líquida inmiscible con el agua cargada con fósforo.

Volviendo a la Fig. 2, la fase 14 líquida inmiscible con el agua cargada con fósforo es tratada después con amoniaco anhidro para formar fosfato de amonio cristalino directamente en el depurador. Para este fin, la disposición 10 para la producción de fosfatos de amonio comprende un volumen 20 de mezcla que tiene una entrada 22 para la fase 14 líquida inmiscible con el agua cargada con fósforo. El volumen de mezcla tiene además una entrada 24 para añadir amoniaco 18 anhidro a la fase 14 líquida inmiscible con el agua cargada con fósforo. Se puede utilizar amoniaco líquido anhidro o amoniaco anhidro gaseoso.

Para formar un cristal de fosfato de amonio sólido, varias moléculas de amoniaco reaccionan con varias moléculas de ácido fosfórico o fosfato de hidrógeno para formar una estructura cristalina por enlace de H de moléculas de amonio a moléculas de fosfato. Los débiles enlaces se disocian fácilmente en contacto con el agua, lo que hace a los cristales de fosfato de amonio altamente solubles en agua. Se sabe que se pueden obtener varias fases sólidas de fosfato de amonio cristalino poniendo en contacto amoniaco, ácido fosfórico y agua a diferentes concentraciones y temperaturas. Se conocen las siguientes fases sólidas cristalinas: $(\text{NH}_4)_7\text{H}_2(\text{PO}_4)_3$, $(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4$, $(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $(\text{NH}_4)\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$, $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$, $(\text{NH}_4)_3\text{H}_2(\text{PO}_4)_4$, $\text{NH}_4\text{H}_5(\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$, y $\text{NH}_4\text{H}_5(\text{PO}_4)_2$. Varios de estos fosfatos de amonio cristalinos son inestables a temperatura ambiente y presión atmosférica, dando como resultado la descomposición del cristal en otra estructura, acompañado de liberación de

amoniaco. Tales fases sólidas cristalinas inestables no son adecuadas para el uso en la agricultura.

Se sabe que el amoniaco perfectamente seco no se combinará con cloruro de hidrógeno perfectamente seco para formar la sal de amonio. Por tanto es necesario que haya humedad para provocar la reacción. La extracción de ácido fosfórico con depuradores tales como fosfato de tributilo está acompañada de co-extracción de moléculas de agua. la relación molar de agua co-extraída a fosfato de tributilo varía entre 0,7 y 1,7 $[H_2O]_{org}/[TBP]_{org}$, dependiendo de la concentración de ácido fosfórico en el depurador y la temperatura.

Se ha encontrado, sorprendentemente, que haciendo reaccionar amoniaco anhidro con ácido fosfórico o moléculas de fosfato en depuradores orgánicos (p.ej., fosfato de tributilo, mezclas de fosfato de tributilo y alcoholes, mezclas de fosfato de tributilo y aminas), la fase sólida cristalina obtenida tiene una relación molar de amonio a fosfato que es aproximadamente 1, y los cristales son estables a temperatura ambiente y presión atmosférica. Se encontró que la fase sólida cristalina está compuesta principalmente de fosfato de monoamonio (MAP), $NH_4H_2PO_4$. También estaba presente una pequeña fracción de fosfato de diamonio (DAP), $(NH_4)_2HPO_4$. Por tanto, los fosfatos de amonio sólidos cristalinos, producidos sorprendentemente poniendo en contacto amoniaco anhidro con fosfato en los depuradores descritos anteriormente, se pueden usar directamente para fines agrícolas.

Se encontró que la precipitación de fósforo a partir de los disolventes orgánicos descritos anteriormente es altamente eficaz, permitiendo una eficacia de retirada de fósforo de aproximadamente 99%. La alta eficacia de purificación permite una alta capacidad operacional durante la extracción de ácido fosfórico. En contraste con la purificación con agua, que está basada en una reacción de equilibrio que conduce a una purificación incompleta del fósforo, la reacción del fósforo con amoniaco no está basada en un equilibrio, y la purificación del fósforo es completa.

Se sabe que el amoniaco anhidro es soluble en diferentes disolventes orgánicos, tales como etanol (10% en peso a 25°C), metanol (16% en peso a 25°C), etc. Sin embargo, la solubilidad del amoniaco en fosfato de tributilo es sólo 0,6% en peso a 20°C, y la solubilidad disminuye al aumentar la temperatura. Por encima de 35°C la solubilidad del amoniaco en fosfato de tributilo es insignificante. Por tanto, la cantidad de amoniaco residual en el depurador después de la precipitación del fósforo es muy baja. También se encontró que hay una correlación entre la carga de fósforo en el disolvente orgánico con el pH y la conductividad. La conductividad disminuye y el nivel de pH aumenta al disminuir la concentración de ácido fosfórico en el disolvente. La adición de amoniaco puede ser controlada de este modo monitorizando la conductividad y/o el pH del depurador para permitir la operación sin exceso de amoniaco. Para este fin, haciendo referencia de nuevo a la Fig. 2, la disposición 10 para la producción de fosfatos de amonio comprende un sensor 26, en esta realización un sensor para la monitorización de una conductividad de la fase líquida inmiscible con el agua, en el volumen 20 de mezcla. La disposición 10 para la producción de fosfatos de amonio comprende además una unidad 28 de control de adición conectada al sensor 26 y dispuesta para controlar una cantidad de amoniaco 18 anhidro añadida en respuesta a la conductividad monitorizada. En una realización alternativa, el sensor 26 es un sensor para la monitorización de un pH de la fase líquida inmiscible con el agua en el volumen 20 de mezcla, y la unidad 28 de control de adición está dispuesta por consiguiente para controlar una cantidad de amoniaco 18 anhidro añadida en respuesta al pH monitorizado.

La reacción de amoniaco con ácido fosfórico es, como se mencionó anteriormente, altamente exotérmica, y se espera que se produzca una cantidad sustancial de calor durante esta reacción. Sin embargo, se encontró, sorprendentemente, que el calor generado cuando se neutralizó un disolvente cargado con H_3PO_4 1,42 M (~50°C litro⁻¹ de disolvente) es más bajo que el requerido para vaporizar el disolvente. La temperatura del depurador puede, por lo tanto, ser controlada de una manera práctica por intercambio de calor hasta una temperatura dentro del intervalo deseado. La disposición 10 para la producción de fosfatos de amonio comprende un intercambiador 30 de calor dispuesto en contacto térmico con la fase 15 líquida inmiscible con el agua. En la realización de la Fig. 2, el intercambiador 30 de calor está dispuesto en el volumen 20 de mezcla para extraer calor de la fase 15 líquida inmiscible con el agua dentro del volumen 20 de mezcla. La temperatura en el volumen 20 de mezcla donde se mezcla el depurador 15 y el amoniaco 18 se mide preferiblemente mediante un termómetro 32, y esta medida es usada por un controlador 34 para hacer funcionar el intercambiador de calor de tal manera que la temperatura de la fase 15 líquida inmiscible con el agua en el volumen 20 de mezcla es mantenida dentro de un intervalo de temperaturas predeterminado. Preferiblemente, el depurador a ser usado en la sección 12 de extracción es enfriado hasta una temperatura que está por debajo de 60°C, dado que las temperaturas inferiores favorecen la extracción de ácido fosfórico por el depurador 15.

En una realización particular, el enfriamiento del intercambiador 30 de calor puede ser conseguido vaporizando amoniaco anhidro líquido a una forma gaseosa. De tal manera, el enfriamiento se puede obtener usando amoniaco, que es un ingrediente en el producto final. Esto se indica en la Fig. 2 mediante las flechas rotas 36 y 37. Para ese fin, la disposición 10 para la producción de fosfatos de amonio comprende una fuente de amoniaco 19 líquido. Está conectada una unidad 23 calentadora a la fuente de amoniaco 19 líquido, y está conectada a o integrada con el intercambiador 30 de calor. La unidad 23 calentadora está dispuesta para utilizar al menos una parte del calor extraído en el intercambiador 30 de calor para producir amoniaco gaseoso, usado como amoniaco 18 anhidro. Esto significa que la entrada 24 para añadir amoniaco 18 anhidro del volumen 20 de mezcla está conectada para extraer el amoniaco gaseoso de la fuente de amoniaco 19 líquido.

Alternativamente, el enfriamiento se puede conseguir mediante cualquier otro medio, tal como intercambio de calor con agua de enfriamiento. Esta alternativa es preferible cuando se desea recuperar el calor generado para uso en otros procedimientos, o usado para secar los cristales de fosfato de amonio recuperados, lo que será discutido más adelante.

5 Los fosfatos de amonio sólidos cristalinos son separados después del depurador por técnicas de separación sólido-líquido conocidas, tales como filtración, decantación, centrifugación, etc. En la Fig. 2, está dispuesto un separador 40 de precipitados para retirar cristales de fosfato de monoamonio y/o fosfato de diamonio precipitados del volumen 20 de mezcla. Después el depurador 16 agotado en fósforo es preferiblemente reciclado de manera continua a fin de extraer fosfato de nuevo de una disolución de alimentación en la sección 12 de extracción.

10 Cantidades relativamente grandes de depurador quedan adheridas a los cristales de fosfato de amonio separados. Estas cantidades son típicamente lo suficientemente grandes para que una pérdida de la costosa mezcla de disolventes fuera generalmente inaceptable desde el punto de vista económico. Es preferible por lo tanto reciclar también estas cantidades de depurador. En la realización de la Fig. 2, la disposición 10 para la producción de fosfatos de amonio comprende la disposición 50 de lavado, que a su vez comprende un lavador 52 conectado al separador 40 de precipitados. El lavador 52 está dispuesto para lavar los cristales de fosfato de amonio separados. Está conectado un secador 54 al lavador 52, y está dispuesto para secar los cristales lavados. Está conectado un separador 60 al lavador 52, y está dispuesto para separar depurador 17 residual lavado de los cristales. El separador 60 está conectado de este modo a la entrada a la sección 12 de extracción para depurador 16 agotado en fósforo para reutilizar el depurador 17 residual separado para la adsorción adicional de fósforo en la sección 12 de extracción. El separador está también dispuesto para proporcionar líquido de lavado agotado del depurador 59 residual para reutilización para lavar cristales en el lavador 52.

Según una realización de la presente invención, el depurador que está adherido a los cristales de fosfato de amonio separados es retirado lavando los cristales de fosfato de amonio con una disolución acuosa saturada de fosfato de amonio. El depurador que está adherido inicialmente a los cristales forma una fase separada que es típicamente más ligera que la densa fase acuosa, y es, como se mencionó anteriormente, inmisible con el agua. Las dos fases se separan espontáneamente de este modo una de la otra. El separador 60 de la presente realización es por lo tanto un separador de fases dispuesto para la separación del depurador y dicha disolución acuosa saturada de fosfato de amonio. Se encontró, sorprendentemente, que el procedimiento de lavado mencionado anteriormente es altamente eficaz. Se encontró que el contenido de carbono de los cristales de fosfato de amonio lavados era más bajo que los contenidos de carbono de sales de fosfato de amonio de alta pureza comerciales. Se cree que el lavado con disolución saturada de fosfato de amonio es un proceso dinámico en el que los cristales de fosfato de amonio se disuelven constantemente y recristalizan, permitiendo la retirada eficaz del disolvente que está adherido. La operación del procedimiento de lavado es sencilla y no consume mucha energía. La disolución saturada de fosfato de amonio que es separada de los cristales es reciclada de manera continua para lavado adicional. La constitución de la disolución saturada de fosfato de amonio se hace disolviendo sales de fosfato de amonio producidas en disoluciones acuosas tales como agua, ácido fosfórico, u otras disoluciones de ácido/sal. Como se mencionó antes también, el depurador inmisible con agua separado es reciclado de manera continua a fin de extraer fosfato de una disolución de alimentación.

40 Los cristales de fosfato de amonio lavados son secados después en el secador 54. El secado puede ser realizado preferiblemente, al menos en parte, por el calor obtenido del procedimiento de intercambio de calor que enfría la mezcla de amoniaco anhidro con ácido fosfórico. Para ese fin, el secador 54 está conectado al intercambiador 30 de calor como indican las flechas rotas 37 y 39. De este modo el secador 54 está dispuesto para utilizar al menos una parte del calor extraído en el intercambiador 30 de calor para secar los cristales lavados.

45 Los fosfatos de amonio producidos son totalmente solubles en agua, agotados en metales, y se pueden usar para fines agrícolas tales como fertilización o fertilización por irrigación.

Otra importante ventaja del procedimiento de lavado según una realización preferida de la presente invención es que permite controlar la producción de fosfatos de amonio para producir MAP o bien DAP independientemente de la composición inicial de los cristales precipitados. Si el MAP es el producto final deseado, entonces la disolución de lavado usada está compuesta preferiblemente de disolución acuosa saturada de fosfato de monoamonio. El pH de la suspensión es controlado y ajustado a un valor entre 2 y 6, preferiblemente entre 3 y 5 y lo más preferiblemente de aproximadamente 4,1 por adición de p.ej. ácido fosfórico o amoniaco. Este procedimiento da como resultado la producción de MAP independientemente de la composición inicial de los cristales precipitados. De manera similar, si el DAP es el producto final deseado, entonces la disolución de lavado usada está compuesta de disolución acuosa saturada de fosfato de diamonio. El pH de de la suspensión es controlado y ajustado a un valor entre 6 y 10, preferiblemente entre 7 y 9 y lo más preferiblemente de aproximadamente 8,3 por adición de p.ej. amoniaco. Este procedimiento da como resultado la producción de DAP independientemente de la composición inicial de los cristales precipitados. De tal manera, es posible la producción tanto de MAP como de DAP según la invención. Para este fin, el lavador 52 está dispuesto además para controlar un pH de la disolución acuosa saturada de fosfato de monoamonio y/o fosfato de diamonio.

60 La Fig. 3 ilustra un diagrama de flujo de las etapas de un método según una realización de la presente invención. Un

método para la producción de fosfatos de amonio empieza en la etapa 200. En la etapa 210, se proporciona una fase líquida inmiscible con el agua cargada con fósforo. Se añade amoniaco anhidro a la fase líquida inmiscible con el agua en la etapa 212. En una realización particular, la etapa 212 de adición comprende la monitorización de una conductividad de la fase líquida inmiscible con el agua y el control de una cantidad de amoniaco anhidro añadido en respuesta a la conductividad monitorizada. En otra realización particular, la etapa 212 de adición comprende la monitorización de un pH de la fase líquida inmiscible con el agua y el control de una cantidad de amoniaco anhidro añadido en respuesta al pH monitorizado. Fosfato de monoamonio y/o fosfato de diamonio es precipitado en la etapa 214 de la fase líquida inmiscible con el agua. En la etapa 216, una temperatura de la fase líquida inmiscible con el agua durante las etapas de adición y precipitación es controlada para que esté situada dentro de un intervalo de temperaturas predeterminado. Como se discutirá en más detalle más adelante, la etapa real de control puede ser realizada antes, durante y/o después de las etapas de adición y precipitación. El rasgo importante es que se asegure que la temperatura durante la adición y precipitación se mantenga dentro de límites predeterminados. Es de menos importancia cuándo se produce el instante real de la retirada de calor. La etapa 216 puede ser situada en el tiempo por lo tanto antes, al mismo tiempo que y/o después de las etapas 212 y 214. El control de la temperatura comprende típicamente la extracción de calor de la fase líquida inmiscible con el agua. Este calor puede ser usado, al menos en parte, para producir amoniaco gaseoso a partir de amoniaco líquido por medio de calentamiento. Este amoniaco gaseoso se puede usar como el amoniaco anhidro añadido en la etapa 212. En la etapa 218 el fosfato de monoamonio y/o fosfato de diamonio precipitado es extraído de la fase líquida inmiscible con el agua.

En la realización ilustrada en la Fig. 3, el método comprende además una etapa 220, en la que los cristales de fosfato de monoamonio y/o fosfato de diamonio precipitados extraídos son lavados. En la etapa 222, la fase líquida inmiscible con el agua residual, es decir, típicamente depurador (como se discute aquí más adelante), lavada de los cristales, es separada. El depurador residual separado es reutilizado preferiblemente para adsorción adicional de fósforo para obtener la fase líquida inmiscible con el agua cargada con fósforo como indica la flecha rota 224. De manera similar, el líquido de lavado agotado de depurador residual es reutilizado para lavado adicional de los cristales, como indica la flecha rota 226. En esta realización particular, el lavado se realiza con disolución acuosa saturada de fosfato de amonio, y la separación del depurador residual se realiza por separación de fases del depurador y la disolución acuosa saturada de fosfato de amonio. Los cristales lavados son secados en la etapa 228. Preferiblemente, el secado utiliza al menos una parte del calor extraído de la etapa de control de la temperatura.

En una realización preferida, el pH de la disolución acuosa saturada de fosfato de monoamonio y/o fosfato de diamonio es controlado para dirigir las reacciones químicas a la producción de composiciones particulares de MAP y/o DAP. En particular, se puede obtener MAP puro mediante pH ácido, y se puede obtener DAP puro mediante pH ligeramente básico, como se discutió anteriormente.

En la realización de la Fig. 3, la etapa 210, que proporciona una fase líquida inmiscible con el agua cargada con fósforo, comprende a su vez la adsorción del fósforo de una disolución acuosa que contiene fósforo en un depurador líquido que tiene afinidad por el fósforo. Esto significa que el depurador cargado con fósforo forma la fase líquida inmiscible con el agua cargada con fósforo. El método según la realización de la Fig. 3 comprende también entonces la etapa 230 adicional de reutilizar depurador regenerado formado por la etapa de extracción 218 para adsorción adicional de fósforo en la etapa 210. El procedimiento acaba en la etapa 299.

Como se mencionó brevemente antes, la extracción real de calor de dicha fase líquida inmiscible con el agua cargada con fósforo puede ser realizada de diferentes maneras. En la realización de la Fig. 2, el intercambiador 30 de calor está integrado en el volumen 20 de mezcla. Se cree actualmente que esta es la manera preferida, dado que da una temperatura bien controlada. Sin embargo, también son posibles otras alternativas. En la Fig. 4, se ilustra una realización donde el intercambiador 30 de calor está dispuesto en contacto con la fase líquida inmiscible con el agua que sale del separador 40 de precipitados. El controlador 34 puede aún ser controlado en base a la temperatura en el volumen 20 de mezcla medida por un termómetro 32. Alternativamente, o además, puede funcionar un controlador 34' en base a la temperatura del depurador que entra en la sección 12 de extracción por medio de un termómetro 32'. De esta manera, la temperatura del depurador que entra en la sección 12 de extracción es controlada de manera primaria, lo que mantendrá a su vez la temperatura de la fase líquida inmiscible con el agua cargada con fósforo dentro del volumen de mezcla en el siguiente ciclo dentro del intervalo de temperaturas requerido, en particular si hay información acerca del contenido de fósforo supuesto que sale de la sección 12 de extracción con la fase líquida inmiscible con el agua cargada con fósforo. En otras palabras, controlando la temperatura del depurador que entra en la sección 12 de extracción, también se conseguirá un control indirecto de la temperatura en el volumen de mezcla. Esta puede ser una buena alternativa en disposiciones donde el contenido inicial de fósforo es relativamente estable, o al menos predecible. El depurador que entra en la sección 12 de extracción puede ser optimizado después en temperatura con respecto a la afinidad por el fósforo.

En la Fig. 5, se ilustra aún otra realización, donde el intercambiador 30 de calor está dispuesto en contacto con la fase líquida inmiscible con el agua que sale de la sección 12 de extracción antes de entrar en el volumen 20 de mezcla. Aquí, el control puede estar basado en cualquiera o ambas de una temperatura en el volumen de mezcla o una temperatura del depurador cargado antes de entrar en el volumen 20 de mezcla. La temperatura del depurador antes de entrar en el volumen de mezcla es medida entonces por un termómetro 32" y usando un controlador 34". De esta manera, la temperatura del depurador cargado es reducida, y las reacciones exotérmicas esperadas en el volumen 20 de mezcla llevarán la fase líquida inmiscible con el agua al intervalo de temperaturas predeterminado.

Esta realización puede ser ventajosa en aplicaciones donde hay dificultades en combinar la adición de amoníaco y precipitación con una extracción de calor eficaz.

5 Las realizaciones detalladas anteriores son sólo algunos ejemplos de cómo pueden ser dispuestos un método y una disposición para la producción de fosfatos de amonio. La fase líquida inmiscible con el agua que contiene fósforo es proporcionada preferiblemente como se describe anteriormente, pero hay también otras posibilidades. La fase líquida inmiscible con el agua que contiene fósforo podría ser proporcionada por cualquier tipo de procedimiento de intercambio iónico. La fase líquida inmiscible con el agua que contiene fósforo también podría ser proporcionada por otros procesos químicos, tales como disolución de fases sólidas. Asimismo, el post-tratamiento del MAP y/o DAP precipitado es también sólo un ejemplo, preferido actualmente, de cómo pueden ser manejados el MAP y/o DAP.
10 Otras técnicas más convencionales son la destilación directa del precipitado a fin de evaporar el depurador u otro disolvente directamente sin ninguna etapa de lavado. Además, en ciertas aplicaciones, donde el depurador u otro disolvente no sea muy costoso y sea inocuo como impureza en el MAP/DAP producido, se puede eliminar completamente el procedimiento de lavado.

15 Se han realizado ensayos sobre diferentes sistemas a fin de ilustrar y verificar las ventajas obtenidas por los métodos y disposiciones según los principios descritos anteriormente. Se presentan aquí a continuación algunos ejemplos.

Ejemplos

Ejemplo 1

20 Un disolvente orgánico compuesto de 80% de fosfato de tributilo y 20% de heptanol en volumen, que tenía un valor de pH de 5,9, se cargó con H_3PO_4 1,42 M exponiendo el disolvente orgánico a ácido fosfórico acuoso. Las dos fases inmiscibles se mezclaron profusamente primero a fin de facilitar la transferencia de ácido fosfórico, y después se separaron. El disolvente orgánico cargado, que tenía un valor de pH de -0,4, fue puesto en contacto con un exceso de amoníaco anhidro líquido (> 50 g de NH_3 litro⁻¹ de disolvente). Se formaron sólidos cristalinos en la fase orgánica. Los sólidos fueron separados del disolvente orgánico por centrifugación y decantación. Los sólidos separados se lavaron varias veces con metanol y se secaron durante 2 horas a 90°C. La sal inorgánica recuperada estaba compuesta de 12,3% de N y 26,8% de P, que corresponde a 98% de $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ y 2% de $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ en peso. Se encontró que la eficacia de retirada de fósforo del disolvente orgánico fue tan alta como 99,4%.

Ejemplo 2

30 Se repitió el mismo experimento que el descrito en el ejemplo 1 con un disolvente orgánico compuesto de 80% de fosfato de tributilo y 20% de trioctil/decil amina en volumen. La sal inorgánica recuperada estaba compuesta de 13% de N y 26,6% de P, que corresponde a 90% de $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ y 10% de $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ en peso.

Ejemplo 3

35 Se repitió el mismo experimento que el descrito en el ejemplo 1, siendo la única diferencia el uso de una cantidad limitada de amoníaco anhidro líquido (< 20 g de NH_3 litro⁻¹ de disolvente). La sal inorgánica recuperada estaba compuesta de 12,2% de N y 26,9% de P, que corresponde a 99% de $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ y 1% de $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ en peso.

Ejemplo 4

40 Se repitió el mismo experimento que el descrito en el ejemplo 3, siendo la única diferencia el uso de un disolvente orgánico compuesto de 80% de fosfato de tributilo y 20% de trioctil/decil amina en volumen. La sal inorgánica recuperada estaba compuesta de 12,4% de N y 26,8% de P, que corresponde a 97% de $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ y 3% de $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ en peso.

Ejemplo 5

45 Se añadieron cantidades medidas de amoníaco anhidro líquido a un disolvente compuesto de 80% de fosfato de tributilo y 20% de heptanol, cargado con H_3PO_4 1,42 M. El pH y conductividad del disolvente (22°C) en función de las cantidades de amoníaco añadido se muestran en la siguiente tabla 1:

Amoniaco añadido (g NH ₃ litro ⁻¹ disolvente)	pH	Conductividad (mS/cm)
0	-0,40	1,18
1	0,54	0,74
2,7	0,62	0,50
5,7	0,70	0,23
8,9	0,78	0,14
12	0,78	0,13
18,2	1,24	0,05
21	3,32	
23,3	4,9	0,02
25	7,6	0,01

Tabla 1. pH y conductividad del disolvente (22°C) en función de las cantidades de amoniaco añadido del ejemplo 5.

Ejemplo 6

- 5 Se repitió el mismo experimento que el descrito en el ejemplo 5, siendo la única diferencia el uso de un disolvente orgánico compuesto de 80% de fosfato de tributilo y 20% de trioctil/decil amina en volumen. El pH y conductividad del disolvente (22°C) en función de las cantidades de amoniaco añadido se muestran en la siguiente tabla 2:

Amoniaco añadido (g NH ₃ litro ⁻¹ disolvente)	pH	Conductividad (mS/cm)
0	-0,09	3,73
1,0	0,12	2,98
3,0	0,55	2,76
4,3	0,79	2,47
6,0	0,89	1,53
7,3	1,27	1,47
9,0	2,29	1,24
11,0	2,67	1,11
13,0	2,78	
15,3	4,62	0,56
24,6	7,10	0,03

Tabla 2. pH y conductividad del disolvente (22°C) en función de las cantidades de amoniaco añadido del ejemplo 6.

10 Ejemplo 7

Se añadió un exceso de amoniaco anhidro gaseoso a un disolvente compuesto de 80% de fosfato de tributilo y 20% de heptanol en volumen, cargado con H₃PO₄ 1,42 M. La temperatura del disolvente aumentó de 22°C a 78°C.

Ejemplo 8

Se repitió el mismo experimento que el descrito en el ejemplo 7, siendo la única diferencia el uso de un disolvente orgánico compuesto de 80% de fosfato de tributilo y 20% de trioctil/decil amina en volumen. La temperatura del disolvente aumentó de 23°C a 86°C.

5 Ejemplo 9

10 Se separaron cristales de fosfato de monoamonio de un disolvente compuesto de 80% de fosfato de tributilo y 20% de heptanol por decantación. Los cristales separados fueron alimentados a una disolución acuosa saturada con fosfato de monoamonio. Los cristales fueron separados de la disolución acuosa saturada por centrifugación y secados a 90°C. El disolvente orgánico que estaba adherido inicialmente a los cristales formó una fase independiente por encima de la fase acuosa. Se encontró que el contenido de carbono de los cristales de fosfato de monoamonio lavados era más bajo que los contenidos de carbono de sales de fosfato de amonio de alta pureza comerciales. Se obtuvieron resultados similares cuando se usó un disolvente compuesto de 80% de fosfato de tributilo y 20% de trioctil/decil amina.

Ejemplo 10

15 Se alimentaron cristales de fosfato de monoamonio a una disolución acuosa saturada con fosfato de diamonio. El pH de la disolución acuosa se ajustó después a un valor de 8,3 por adición de amoniaco anhidro gaseoso. Los sólidos cristalinos fueron separados después de la disolución acuosa saturada y secados. Se encontró que los sólidos estaban compuestos esencialmente de fosfato de diamonio. Por tanto, los cristales de fosfato de monoamonio pudieron ser convertidos en cristales de fosfato de diamonio.

20 Las realizaciones descritas anteriormente son para ser entendidas como algunos ejemplos ilustrativos de la presente invención. Los expertos en la técnica entenderán que se pueden hacer diversas modificaciones, combinaciones y cambios a las realizaciones. En particular, disoluciones de diferentes partes en las diferentes realizaciones pueden ser combinadas en otras configuraciones, donde sea técnicamente posible. El alcance de la presente invención está, sin embargo, definido por las reivindicaciones adjuntas.

REIVINDICACIONES

1. Un método para la producción de fosfatos de amonio, que comprende las etapas de:
 proporcionar (210) una fase (14) líquida inmiscible con el agua cargada con fósforo;
 añadir (212) amoniaco (18) anhidro a dicha una fase (14) líquida inmiscible con el agua cargada con fósforo;
- 5 precipitar (214) al menos uno de fosfato de monoamonio y fosfato de diamonio de dicha fase (14) líquida inmiscible con el agua;
- controlar (216) una temperatura de la fase (15) líquida inmiscible con el agua durante dichas etapas de adición (212) y precipitación (214) a un intervalo de temperaturas predeterminado;
- 10 extraer (218) dicho precipitado de al menos uno de fosfato de monoamonio y fosfato de diamonio de dicha fase (15) líquida inmiscible con el agua;
- lavar (220) los cristales de dicho precipitado extraído de al menos uno de fosfato de monoamonio y fosfato de diamonio; y
- secar (228) dichos cristales lavados,
- caracterizado por que
- 15 dicha etapa de lavar (220) los cristales comprende retirar por lavado la fase (17) líquida inmiscible con el agua residual de dichos cristales de dicho precipitado extraído de al menos uno de fosfato de monoamonio y fosfato de diamonio con una disolución de lavado que comprende disolución acuosa saturada de fosfato de amonio;
- y por las etapas adicionales de:
- 20 separar (222) dicha fase (17) líquida inmiscible con el agua residual lavada de dichos cristales de dicha disolución de lavado por separación de fases de dicha fase líquida inmiscible con el agua residual lavada de dichos cristales de dicho precipitado extraído de al menos uno de fosfato de monoamonio y fosfato de diamonio y dicha disolución de lavado;
- reutilizar (224) dicha fase (17) líquida inmiscible con el agua residual separada en fases para adsorción adicional de fósforo para ser reutilizado para extracción adicional; y
- 25 reutilizar (226) el líquido de lavado agotado de fase (17) líquida inmiscible con el agua residual para lavado adicional de cristales en dicha etapa de lavar los cristales de dicho precipitado extraído de al menos uno de fosfato de monoamonio y fosfato de diamonio.
2. El método según la reivindicación 1, caracterizado por que
- 30 dicha disolución de lavado usada en dicha etapa de lavado está compuesta de disolución acuosa saturada de fosfato de monoamonio o fosfato de diamonio para la producción de fosfato de monoamonio o fosfato de diamonio, respectivamente.
3. El método según la reivindicación 2, caracterizado por controlar un pH de dicha disolución acuosa saturada de fosfato de monoamonio a un pH de 2-6 o controlar un pH de dicha disolución acuosa saturada de fosfato de diamonio a un pH de 6-10 para dirigir las reacciones químicas a la producción de composiciones particulares de fosfato de monoamonio o fosfato de diamonio, por lo que dicho control de un pH de dicha disolución acuosa saturada de fosfato de monoamonio comprende la adición de ácido fosfórico o amoniaco y dicho control de un pH de dicha disolución acuosa saturada de fosfato de diamonio comprende la adición de amoniaco.
- 35 4. El método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por que
- 40 dicha etapa de proporcionar (210) una fase (14) líquida inmiscible con el agua cargada con fósforo comprende la etapa de adsorber fósforo de una disolución acuosa que contiene fósforo en un depurador líquido que tiene afinidad por el fósforo, por lo que dicho depurador cargado con fósforo forma dicha fase (14) líquida inmiscible con el agua cargada con fósforo; y
- por la etapa adicional de reutilizar dicho depurador regenerado formado por dicha etapa de extracción (218) para adsorción adicional de fósforo.
- 45 5. El método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por que dicha etapa de adición (212) comprende monitorizar una conductividad o un pH de dicha fase (14) líquida inmiscible con el agua y controlar una cantidad de amoniaco (18) anhidro añadido en respuesta a dicha conductividad o pH monitorizados.
6. El método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por que dicha etapa de control (216) de

una temperatura comprende extracción de calor de dicha fase líquida inmiscible con el agua antes, durante y/o después de dichas etapas de adición (212) y precipitación (214).

7. Una disposición (10) para la producción de fosfatos de amonio, que comprende:

un volumen (20) de mezcla;

5 teniendo dicho volumen (20) de mezcla una entrada (22) para una fase (14) líquida inmiscible con el agua cargada con fósforo;

teniendo dicho volumen (20) de mezcla una entrada (22) para añadir amoníaco (18) anhidro a dicha fase (14) líquida inmiscible con el agua;

un intercambiador (30) de calor dispuesto en contacto térmico con dicha fase (15) líquida inmiscible con el agua;

10 un controlador (34) dispuesto para hacer funcionar dicho intercambiador (30) de calor para mantener dicha fase (14) líquida inmiscible con el agua en dicho volumen (20) de mezcla dentro de un intervalo de temperaturas predeterminado;

un separador (40) de precipitados dispuesto para retirar los cristales de al menos uno de fosfato de monoamonio y fosfato de diamonio precipitados de dicho volumen (20) de mezcla;

15 un lavador (52, 52') conectado a dicho separador (40) de precipitados y dispuesto para lavar dichos cristales; y

un secador (54) conectado a dicho lavador (52, 52') y dispuesto para secar dichos cristales lavados,

caracterizado por

un separador (60) conectado a dicho lavador (52, 52') y dispuesto para separar la fase (17) líquida inmiscible con el agua residual lavada de dichos cristales;

20 estando dicho separador (60) conectado a dicha entrada a dicha sección (12) de extracción para la fase (17) líquida inmiscible con el agua agotada en fósforo para reutilizar dicha fase (17) líquida inmiscible con el agua residual separada para adsorción adicional de fósforo en dicha sección (12) de extracción;

estando dicho separador (60) dispuesto además para proporcionar líquido (59) de lavado agotado en fase líquida inmiscible con el agua residual para reutilización para lavar cristales en dicho lavador (52, 52');

25 dicho lavador (52) está dispuesto para lavar dichos cristales con disolución acuosa saturada de fosfato de amonio; y

comprendiendo dicho separador (60) un separador (58) de fases dispuesto para la separación de dicha fase (17) líquida inmiscible con el agua y dicha disolución acuosa saturada de fosfato de amonio.

8. La disposición según la reivindicación 7, caracterizada por que

30 dicho lavador (52) está dispuesto para usar una disolución de lavado compuesta de disolución acuosa saturada de fosfato de monoamonio o fosfato de diamonio para la producción de fosfato de monoamonio o fosfato de diamonio, respectivamente.

9. La disposición según la reivindicación 8, caracterizada por que

dicho lavador (52) está dispuesto para controlar un pH de dicha disolución acuosa saturada de fosfato de monoamonio y/o fosfato de diamonio.

35 10. La disposición según la reivindicación 9, caracterizada por que

dicho lavador (52) está dispuesto para la adición de ácido fosfórico o amoníaco a dicha disolución acuosa saturada de fosfato de monoamonio o de amoníaco a dicha disolución acuosa saturada de fosfato de diamonio.

11. La disposición según cualquiera de las reivindicaciones 7 a 10, caracterizada por

40 una sección (12) de extracción, dispuesta para adsorber fósforo de una disolución acuosa que contiene fósforo en un depurador líquido que tiene afinidad por el fósforo;

una salida de dicha sección (12) de extracción para el depurador cargado con fósforo está conectada a dicha entrada (22) para una fase líquida inmiscible con el agua cargada con fósforo de dicho volumen de mezcla, por lo que dicho depurador cargado con fósforo forma dicha fase (14) líquida inmiscible con el agua cargada con fósforo;

45 una entrada (16) a dicha sección (12) de extracción para el depurador agotado en fósforo está conectada a dicho volumen (20) de mezcla y dispuesta para reutilizar dicho depurador regenerado formado en dicho volumen (20) de

mezcla por funcionamiento de dicho separador (40) de precipitación para adsorción adicional de fósforo en dicha sección (12) de extracción.

12. La disposición según cualquiera de las reivindicaciones 7 a 11, caracterizada por:

uno de:

5 un sensor (26) para la monitorización de una conductividad de dicha fase (14) líquida inmiscible con el agua; y

un sensor (26) para la monitorización de un pH de dicha fase (14) líquida inmiscible con el agua; y

una unidad (28) de control de adición conectada a dicho sensor (26) y dispuesta para controlar una cantidad de amoníaco (18) anhidro añadido en respuesta a dicha conductividad o pH monitorizados.

10 13. La disposición según cualquiera de las reivindicaciones 7 a 12, caracterizada por que dicho intercambiador (30) de calor está funcionando para la extracción de calor de dicha fase (14) líquida inmiscible con el agua cargada con fósforo que entra en dicho volumen (20) de mezcla, de dicha fase líquida inmiscible con el agua dentro de dicho volumen (20) de mezcla y/o de fase (17) líquida inmiscible con el agua agotada en fósforo que sale de dicho volumen (20) de mezcla.

14. La disposición según la reivindicación 13, caracterizada por

15 una fuente de amoníaco (19) líquido;

una unidad (23) calentadora conectada a dicha fuente de amoníaco (19) líquido y conectada a o integrada con dicho intercambiador (30) de calor, dicha unidad (23) calentadora está dispuesta para utilizar al menos una parte de dicho calor extraído en dicho intercambiador (30) de calor para producir amoníaco gaseoso;

20 estando dicha entrada (24) para añadir amoníaco (18) anhidro de dicho volumen de mezcla conectada para extraer dicho amoníaco gaseoso de dicha fuente de amoníaco (19) líquido.

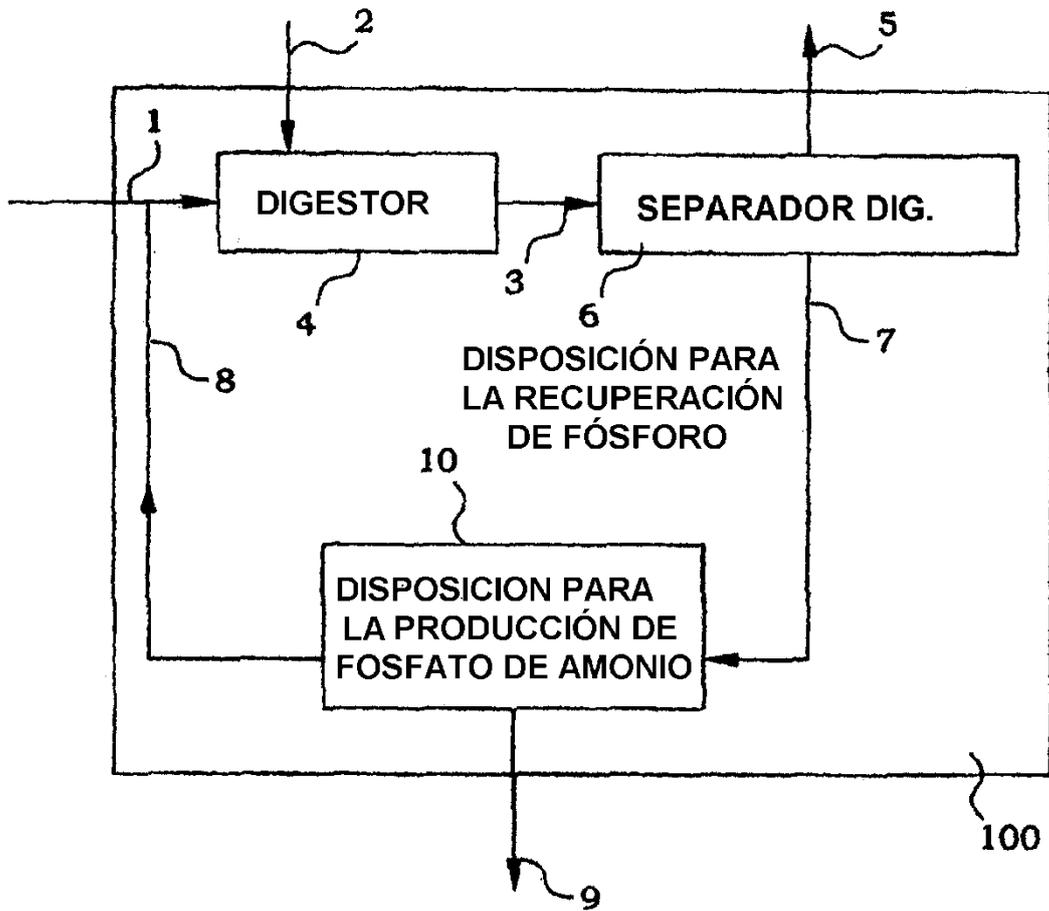


Fig. 1

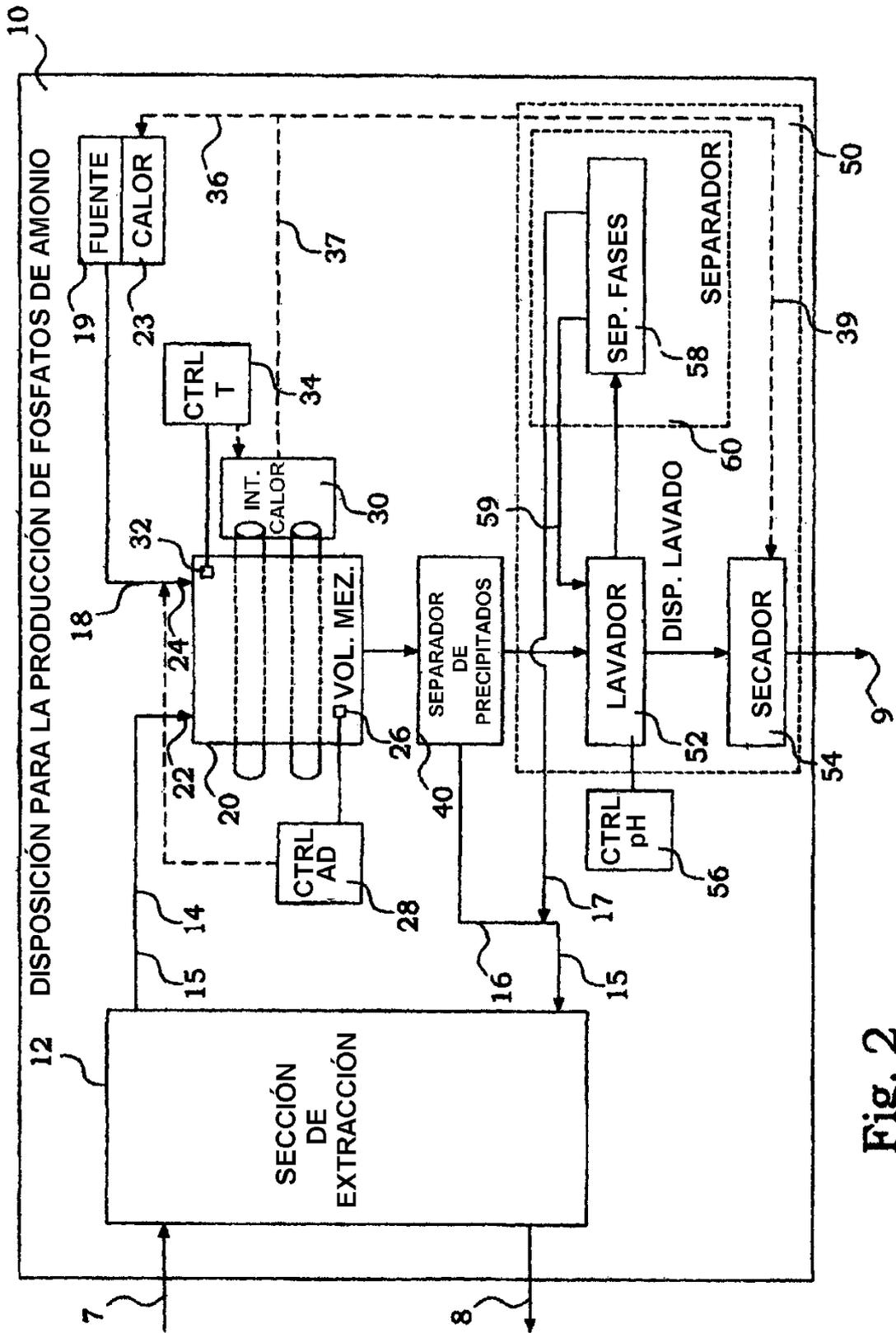


Fig. 2

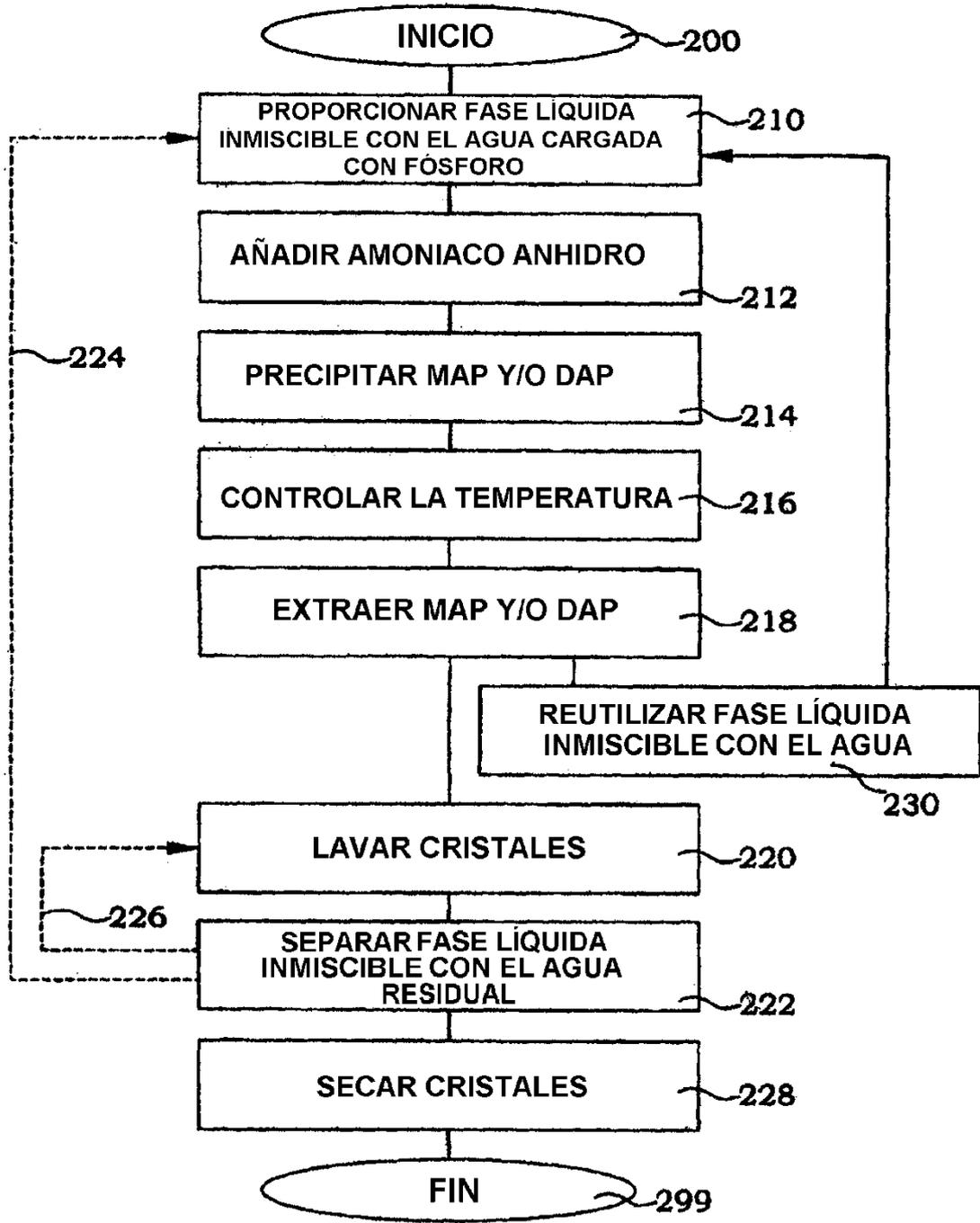


Fig. 3

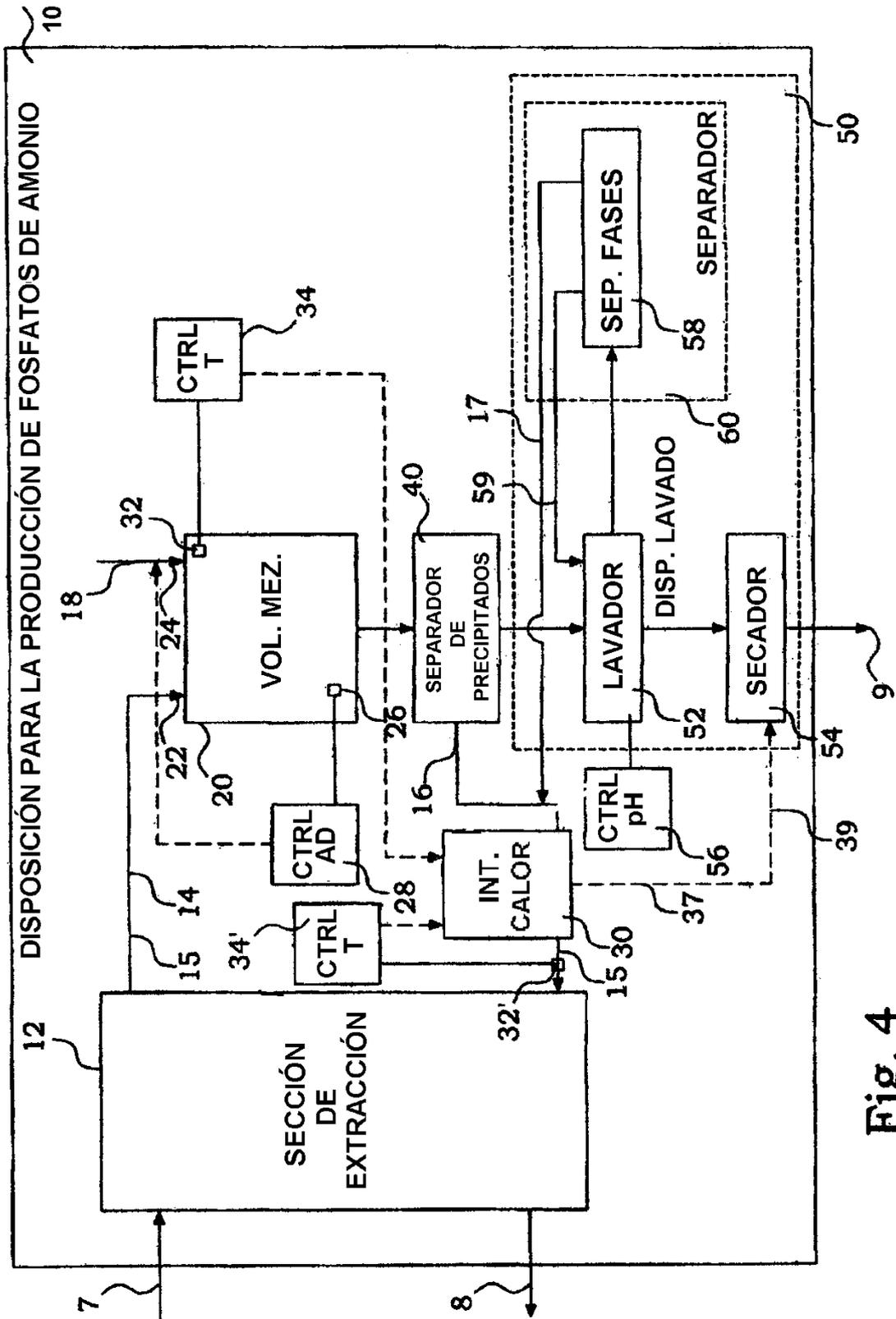


Fig. 4

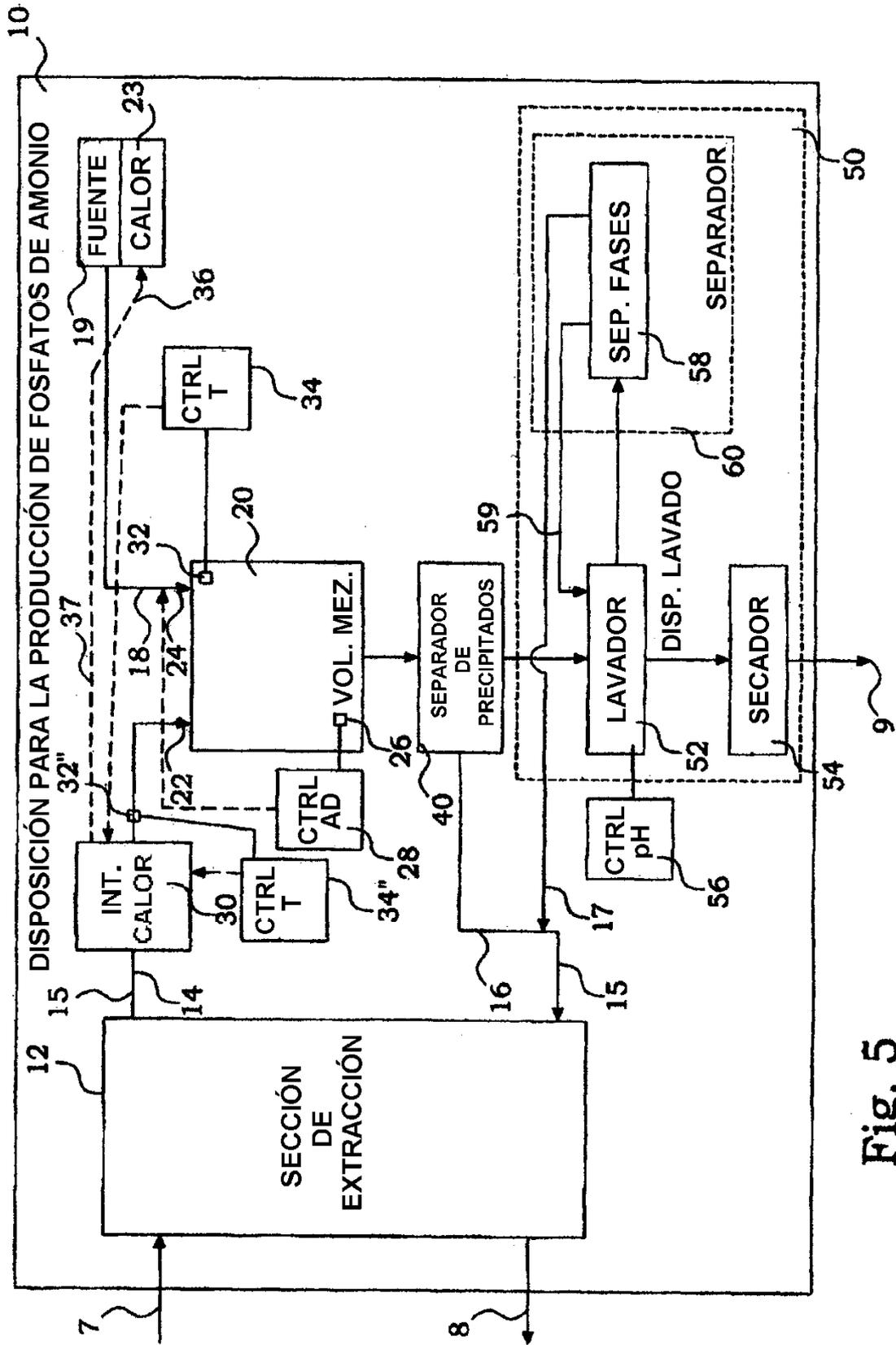


Fig. 5