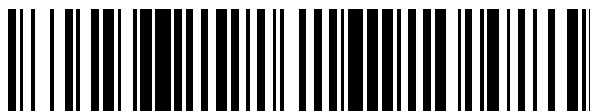


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 776 028**

51 Int. Cl.:

C01B 25/28 (2006.01)
B01D 11/04 (2006.01)
C01B 25/46 (2006.01)
C05B 7/00 (2006.01)
C05B 11/08 (2006.01)
C05C 3/00 (2006.01)
B01D 9/00 (2006.01)
C05B 11/10 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **19.06.2013 PCT/SE2013/050736**
 87 Fecha y número de publicación internacional: **27.12.2013 WO13191639**
 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **19.06.2013 E 13806613 (9)**
 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **11.12.2019 EP 2864249**

54 Título: **Producción de fosfatos amónicos**

30 Prioridad:

21.06.2012 SE 1250666

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

28.07.2020

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**COHEN, YARIV y
 ENFÄLT, PATRIK**

74 Agente/Representante:

PONS ARIÑO, Ángel

Observaciones:

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

ES 2 776 028 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 amónicos

5 CAMPO TÉCNICO

La presente invención se refiere en general a la producción de fosfatos amónicos a partir de soluciones que contienen fósforo y, en particular, a la producción de fosfatos amónicos a partir de un líquido de alimentación que comprende ácido fosfórico.

10

ANTECEDENTES

Todas las sales de fosfato solubles en agua, como los fertilizantes solubles, se derivan del ácido fosfórico. El ácido fosfórico se produce comercialmente mediante un procedimiento 'húmedo' o térmico. La digestión húmeda de la roca de fosfato es el procedimiento más común. El procesamiento térmico requiere mucha energía y, por lo tanto, es costoso. Por esa razón, las cantidades de ácido producidas térmicamente son mucho más pequeñas y se utilizan principalmente para la producción de fosfatos industriales.

15

El ácido fosfórico para la producción de fertilizantes se basa casi exclusivamente en la digestión húmeda de fosfato de roca. El procedimiento se basa 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 se separan por filtración. Para producir ácido fosfórico de grado comercial, se requieren altas concentraciones de ácido y se evapora el agua. El sulfato de calcio existe en varias formas cristalinas diferentes dependiendo de las condiciones prevaletientes, como la temperatura, la concentración de fósforo en la suspensión y el nivel de sulfato libre. El sulfato de calcio se precipita como dihidrato ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) o como hemihidrato ($\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$). El ácido fosfórico producido a través de este procedimiento se caracteriza por una pureza relativamente baja.

20

25

Para obtener sales de fosfato amónico, ácido fosfórico de grado comercial, que tiene una concentración de aproximadamente 54% de P_2O_5 , se neutraliza con amoníaco para formar fosfato monoamónico (MAP) o fosfato diamónico (DAP) controlando la relación molar de amoníaco a ácido fosfórico durante el procedimiento de neutralización. El amoníaco se usa en forma líquida o gaseosa. Generalmente se prefiere el amoníaco anhidro líquido, ya que se necesita el exceso de calor de otros sistemas para vaporizar el amoníaco líquido en forma gaseosa.

30

La neutralización del ácido fosfórico de grado comercial con amoníaco generalmente se realiza en varias etapas utilizando varios recipientes de reacción. La relación molar de amoníaco a ácido fosfórico en el/los pre-reactor/es se mantiene normalmente en un nivel que proporciona la solubilidad máxima para la suspensión (entre 1,4 y 1,45 para la producción de DAP y generalmente menos de 1 para la producción de MAP). Para el control de la operación, la relación molar de amoníaco a ácido fosfórico se determina controlando el pH de la suspensión. El exceso de calor de reacción se elimina del/los preneutralizador/es añadiendo agua al/los reactor/es. La evaporación del agua enfría la suspensión. A medida que aumenta la relación molar de amoníaco a ácido fosfórico por encima de 1, el amoníaco sin reaccionar escapa del reactor y los vapores gaseosos liberados deben depurarse con un ácido.

35

40

La suspensión de los reactores de preneutralización que usualmente contienen entre 16 y 23% de agua generalmente se alimenta a un granulador de amoníaco para completar la adición de amoníaco para el producto deseado. La finalización de la neutralización y la evaporación adicional del agua dan como resultado la formación de partículas sólidas. Es necesario recuperar el amoníaco sin reaccionar de los vapores gaseosos mediante depuración con un ácido. Posteriormente, los fosfatos amónicos sólidos se secan generalmente en un reactor separado para reducir el contenido de humedad. La pérdida de amoníaco del secador generalmente se recupera al depurar con ácido. Los fosfatos amónicos sólidos se enfrían normalmente haciendo pasar aire a través de un reactor de enfriamiento.

50

Para varias aplicaciones, como la fertirrigación, es decir, la aplicación de fertilizantes solubles en agua en el agua de riego y la fertilización foliar, es decir, la pulverización de fertilizantes en las hojas, existe la necesidad de fosfatos amónicos completamente solubles para evitar la obstrucción del equipo de fertirrigación por parte de sólidos no disueltos. El ácido fosfórico de procedimiento húmedo contiene una cantidad sustancial de impurezas como hierro, aluminio, calcio, magnesio, cadmio, etc., que forman sólidos insolubles en agua tras la neutralización con amoníaco y, por lo tanto, los fosfatos amónicos de grado fertilizante no son completamente solubles en agua. Por lo tanto, los fertilizantes de P completamente solubles para fines de fertirrigación deben producirse especialmente a partir de ácido fosfórico purificado, lo que significa un procesamiento adicional.

55

La tecnología actual para la purificación de ácido fosfórico se basa en la extracción de ácido fosfórico impuro de procedimiento húmedo en un solvente orgánico (cetonas, tri-alkil fosfatos, alcoholes, etc.) seguido de una extracción

60

posterior con agua formando un ácido fosfórico puro pero con una concentración más baja, que luego se concentra por evaporación del agua. El ácido fosfórico purificado se neutraliza posteriormente con amoníaco formando productos de fosfato amónico completamente solubles según el procedimiento descrito anteriormente.

- 5 Las desventajas de las tecnologías del estado de la técnica para la producción de fosfatos amónicos son numerosas. El ácido fosfórico producido a partir del filtro de yeso, en un procedimiento de dihidrato, no es adecuado para la fabricación directa de sales de fosfato amónico. El ácido debe concentrarse adicionalmente por evaporación de agua hasta una concentración adecuada de ácido fosfórico (generalmente aproximadamente 54% de P_2O_5). Normalmente, la concentración de ácido fosfórico se realiza en tres etapas. El ácido del filtro (28% P_2O_5) se evapora a 40% de P_2O_5 en una sola etapa de evaporador al vacío. El ácido se clarifica para eliminar los sólidos precipitados y el ácido clarificado se concentra a 54% de P_2O_5 en dos etapas. La concentración entre etapas es de aproximadamente 48% de P_2O_5 . El ácido al 54% de P_2O_5 se usa para la producción de fosfato amónico según el procedimiento descrito anteriormente.

- 15 Concentrar ácidos por evaporación es un procedimiento que requiere mucha energía. La cantidad de vapor requerida para concentrar ácido fosfórico generalmente varía entre 2,5 y 5 toneladas de vapor por tonelada de fósforo, dependiendo de las condiciones de producción. Si el ácido fosfórico se purifica por extracción con solvente, la demanda de energía es de aproximadamente 7 toneladas de vapor por tonelada de fósforo. La demanda de energía para la concentración de ácido fosfórico representa un costo de producción importante. Para la producción de ácido fosfórico de grado comercial son necesarios equipos costosos como sistemas de distribución de vapor, evaporadores, depuradores de gases efluentes, sistemas de condensación, sistemas de enfriamiento de agua, sistemas de tratamiento de efluentes líquidos e instalaciones de almacenamiento de ácido. Se requieren aproximadamente 50 toneladas de agua de enfriamiento para condensar una tonelada de vapor. En un condensador barométrico, el vapor entra directamente en contacto con el agua y, como resultado, las impurezas en el vapor contaminan el agua de enfriamiento, lo que da como resultado grandes cantidades de efluentes contaminados. Además, se necesita equipo adicional para la neutralización del ácido fosfórico con amoníaco en varias etapas, secado, enfriamiento y depuración del amoníaco de los vapores gaseosos. La producción de fosfato amónico de calidad técnica requiere etapas de procesamiento adicionales como se describió anteriormente.

- La Patente de los Estados Unidos 3.894.143 describe un procedimiento para obtener fosfato amónico cristalizado a partir de ácido fosfórico y amoníaco de procedimiento húmedo. El procedimiento consiste en a) formar una mezcla de ácido fosfórico acuoso y acetona en la que todos los componentes son miscibles con agua, b) precipitar impurezas mediante la 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 amónico y un líquido sobrenadante, y d) separar los cristales de fosfato amónico del líquido sobrenadante y destilar el sobrenadante para separar la acetona para reciclar. Las desventajas de este procedimiento incluyen la destilación de grandes cantidades de acetona, un rendimiento limitado de fosfatos amónicos y la producción de grandes cantidades de efluentes acuosos diluidos de fosfato amónico. Una limitación principal adicional de este procedimiento es la selectividad insuficiente. Los solventes miscibles con agua se están acercando a las propiedades del agua, lo que da como resultado que los contaminantes catiónicos y aniónicos se extraigan conjuntamente en gran medida.

- 40 Las patentes estadounidenses 3.975.178 y 4.236.911 son similares a la patente estadounidense 3.894.143 y consisten en formar una mezcla de ácido fosfórico acuoso y acetona o metanol en el que todos los componentes son miscibles con agua seguido de la adición de amoníaco para precipitar impurezas y después fosfato amónico. Las desventajas son similares a las reportadas para la patente estadounidense 3.894.143.

- 45 La patente estadounidense 4.132.540 describe un procedimiento para eliminar el solvente del refinado del ácido fosfórico extraído. El solvente residual se elimina del refinado mediante la adición de cationes de amonio o de metales alcalinos o alcalinotérreos en una relación atómica al fósforo de entre 0,1:1 y 0,6:1.

- La patente estadounidense 4.311.681 describe un procedimiento para la separación de impurezas tales como sílice e impurezas orgánicas de un solvente orgánico mediante lavado con una solución acuosa de ortofosfato alcalino suficiente para mantener el pH de la mezcla solvente-acuosa de aproximadamente 9,5 a aproximadamente 12,5

- La patente estadounidense 4.678.650 describe un procedimiento para la producción de una solución acuosa de fosfato alcalino mezclando una fase acuosa que contiene un compuesto alcalino con una fase orgánica que contiene ácido fosfórico en una relación de volumen mayor que 1:1, y luego separando la solución acuosa resultante de fosfato alcalino de la fase orgánica.

- La patente estadounidense 4.751.066 describe un procedimiento para la separación alcalina de ácido fosfórico de procedimiento húmedo de un solvente orgánico inmiscible con agua para producir una solución de fosfato de sodio.

- 60 En la solicitud de patente internacional publicada WO 2008/115121, se describen un procedimiento y una disposición para

la recuperación de fósforo. Los iones de fósforo se extraen de las soluciones adsorbiendo iones de fósforo en un material trampa y liberando los iones de fósforo en un eluato durante la regeneración del material trampa. La regeneración se realiza por amoníaco. Los aniones fosfato se precipitan en forma de fosfato triamónico tras la introducción de cantidades excesivas de amoníaco. El amoníaco que queda en solución después de la precipitación del fosfato triamónico se reutiliza para regenerar el material trampa. Desafortunadamente, el fosfato triamónico es inestable a temperatura ambiente y presión atmosférica, lo que resulta en la descomposición del cristal acompañado de la liberación de amoníaco, lo que requiere un procesamiento adicional en formas estables de fosfato amónico. El fosfato triamónico no es adecuado para uso directo en la agricultura.

10 El documento GB 636,035 describe mejoras de los procedimientos de producción de fosfato diamónico. Los cristales de fosfato monoamónico se introducen en una solución de fosfato diamónico en un reactor y el amoníaco anhidro se alimenta al reactor. Los cristales de fosfato diamónico se recogen en el fondo de la cámara.

En la Patente estadounidense 3.415.619, se describe un procedimiento para fabricar fosfato amónico. El fosfato amónico soluble en agua se logra mediante la extracción de un ácido fosfórico acuoso sustancialmente libre de hierro, derivado de la reacción del mineral que contiene fosfato de calcio y un ácido mineral fuerte, en un extractante inmiscible con agua, separando el extractante cargado de ácido fosfórico de la fase acuosa residual, eliminando las impurezas de calcio de la misma, poniendo en contacto el extractante cargado de ácido fosfórico con amoníaco anhidro a una temperatura de entre aproximadamente 20 y 90 °C, y separando el fosfato amónico sólido soluble en agua del extractante. Se indica que el fosfato amónico sólido se lava con solventes de hidrocarburo de bajo punto de ebullición para eliminar el adhesivo extractante orgánico del mismo. El procedimiento según esta divulgación tiene varios inconvenientes. En los experimentos realizados por el solicitante de la presente invención, se concluyó que es muy difícil producir fosfato diamónico según las ideas presentadas, incluso con un gran exceso de amoníaco. La principal dificultad de esta estrategia es, por lo tanto, que grandes cantidades de solvente permanecen adheridas a los cristales de fosfato amónico precipitados y esta pérdida de solvente costoso sería económicamente inaceptable. La eliminación del solvente adherido por destilación es difícil ya que el punto de ebullición de los solventes como el tributilfosfato (289 °C) excede el punto de fusión del fosfato monoamónico (190 °C). Se demostró que el lavado del solvente adherido con otro solvente de hidrocarburo era incompleto, y permanecen cantidades considerables de extractante incluso después de un lavado exhaustivo. Además, la separación del extractante y el solvente de hidrocarburo se convierte en una tarea compleja y costosa debido a la necesidad de destilación.

La solicitud de patente internacional publicada WO 2010/138045 describe un procedimiento que comprende la adición de amoníaco a una fase líquida inmiscible con agua cargada de fósforo para precipitar fosfatos amónicos. Los fosfatos amónicos precipitados se lavan con una solución acuosa saturada de fosfato amónico y los cristales lavados se secan. El material trampa residual lavado de los cristales se separa mediante una separación de fases del material trampa y la solución acuosa saturada de fosfato amónico y el material trampa residual separado se reutiliza para una mayor adsorción de fósforo que se reutilizará para una extracción adicional. El líquido de lavado agotado del material trampa residual se reutiliza para un lavado adicional de los cristales. Una desventaja es la necesidad de una separación de tres fases.

40 De manera similar, la solicitud de patente china publicada 1 868 865 A describe la extracción de fosfato de soluciones acuosas que contienen fosfato utilizando tributil fosfato en queroseno. Los valores de fosfato se extraen de nuevo del extractante usando amoníaco acuoso, seguido de precipitación de fosfato amónico de la solución super saturada. El extractante orgánico se recicla al procedimiento de extracción, mientras que la solución madre se separa del producto de fosfato amónico y se recicla como agente de separación.

45 La patente estadounidense 3.518.071 describe un procedimiento para la producción de fertilizantes de nitrofosfato y fertilizantes de nitrato de amonio y carbonato de calcio. El procedimiento consiste en a) digerir roca de fosfato con ácido nítrico para producir una solución de nitrato de calcio, ácido fosfórico y ácido nítrico, b) extraer ácido fosfórico y ácido nítrico de la solución de lixiviación con alcohol amílico, c) volver a extraer ácido fosfórico y ácido nítrico con una solución concentrada de nitrato de amonio principalmente que contiene algo de fosfato amónico, con una relación molar N/P de aproximadamente 95:1, d) evaporar la solución de separación para formar una suspensión de fosfato amónico cristalizado y nitrato de amonio, e) separar los cristales del licor, f) reciclar al menos una porción del licor que se usará en la etapa c, g) tratar el refinado de la etapa b con amoníaco y dióxido de carbono para formar una solución de nitrato de amonio y carbonato de calcio precipitado.

55 El objetivo principal de la patente estadounidense 3.518.071 consiste en usar extracción líquido-líquido para la separación de nitrato de calcio en lugar de separar el nitrato de calcio por precipitación a bajas temperaturas, que es la práctica común en el procedimiento de nitrofosfato. Hay una serie de desventajas con este procedimiento. El producto final es generalmente una mezcla de fosfato amónico y nitrato de amonio y fosfato monoamónico o fosfato diamónico no bien definido. Además, la extracción conjunta de ácido nítrico da como resultado la precipitación de fosfatos de calcio que hacen que el procedimiento de extracción líquido-líquido no sea operativo. Esto limita el rendimiento del ácido fosfórico

extraído. Además, se requiere una alta concentración de nitrato de amonio en la solución utilizada para la separación con el fin de disminuir la cantidad de fosfato amónico que permanece disuelto en el licor de nitrato de amonio. Además, el procedimiento requiere el procesamiento de nitrato de amonio en un producto final por evaporación de agua. Además, el producto de fosfato contiene nitrato de amonio a través del licor madre que se adhiere al precipitado. Además, la

5 cristalización se obtiene al exceder la solubilidad de las sales disueltas por evaporación del agua que requiere equipos como evaporadores, sistemas de distribución de vapor, etc., así como una fuente de energía. Finalmente, el alcohol amílico y otros solventes adecuados para este procedimiento tienen una alta solubilidad en agua que hace que el procedimiento sea complejo ya que el solvente debe recuperarse de las corrientes acuosas mediante extracción y destilación.

10 La patente GB 1.238.188 describe un procedimiento para la producción de fosfatos amónicos mediante la digestión de rocas de fosfato con ácido nítrico. El procedimiento consiste en a) tratar la solución de lixiviación con un solvente compuesto de alcoholes alifáticos que contienen 4 a 6 átomos de carbono para extraer ácido nítrico y ácido fosfórico, b) purificar el extractante orgánico contactando el extractante con una solución compuesta principalmente de nitrato de amonio, c) amoniar el extractante purificado para formar un precipitado de fosfato amónico, una fase ligera que contiene el solvente y una fase acuosa pesada que contiene nitrato de amonio y fosfato amónico, d) separar la fase ligera mediante el decantado y reciclado de la fase ligera decantada para la etapa de extracción, e) separar el precipitado de fosfato amónico de la fase acuosa pesada, f) lavar el fosfato amónico separado con agua, g) el agua de lavado del fosfato amónico y parte de la fase acuosa pesada que contiene nitrato de amonio y fosfato amónico se recicla a la etapa de purificación del extractante, h) la solución acuosa de la etapa de purificación se recicla en la etapa de extracción, i) el refinado de la etapa de extracción y parte de la fase acuosa pesada que contiene nitrato de amonio y fosfato amónico se trata por destilación para recuperar el solvente de la fase acuosa, y j) tratar la fase acuosa destilada con amoníaco y dióxido de carbono para formar solución de nitrato de amonio y carbonato de calcio precipitado.

25 Similar a la patente estadounidense 3.518.071, hay una serie de desventajas con el procedimiento según la patente GB 1.238.188. La extracción conjunta de ácido nítrico da como resultado la precipitación de fosfatos de calcio que limita el rendimiento del ácido fosfórico extraído de la solución de lixiviación. Además, se requiere una alta concentración de nitrato de amonio durante la neutralización con amoníaco con el fin de disminuir la cantidad de fosfato amónico que permanece disuelto en el licor de nitrato de amonio. Además, el procedimiento requiere el procesamiento de nitrato de amonio en un

30 producto final por evaporación de agua. Además, el fosfato amónico precipitado contiene nitrato de amonio a través del licor madre que se adhiere al precipitado y el lavado del nitrato de amonio adherido con agua da como resultado una disolución sustancial del fosfato amónico precipitado. Esto requiere la acidificación del agua de lavado con ácido nítrico (para convertir el fosfato amónico disuelto en nitrato de amonio y ácido fosfórico) y volver a extraer el ácido fosfórico del agua de lavado, lo cual es costoso. Finalmente, solventes adecuados para este procedimiento tienen una alta solubilidad

35 en agua que hace que el procedimiento sea complejo ya que el solvente debe recuperarse de la corriente acuosa mediante destilación.

La patente estadounidense 4.112.118 describe un procedimiento para eliminar el ácido fosfórico de un solvente orgánico con un compuesto básico de amoníaco, sodio o potasio anhidro o con agua en una cantidad de hasta 10 moles o con una

40 sal sólida de dihidrógeno fosfato, para dar una mezcla en fase líquida que comprende una fase de solvente orgánico sustancialmente libre de ácido fosfórico y una fase acuosa que comprende ácido fosfórico disuelto y dihidrógeno fosfato disuelto de la base. Una desventaja principal del procedimiento es que el procedimiento de separación requiere que el solvente orgánico se cargue con una solución de ácido fosfórico altamente concentrada de > 60% en peso. Por lo tanto, el procedimiento requiere la concentración de ácido fosfórico por evaporación del agua, equipos como evaporadores,

45 sistemas de distribución de vapor, etc., así como una fuente de energía. Otra desventaja principal del procedimiento es que el producto es una solución acuosa que requiere un tratamiento adicional.

La patente rusa 424849 describe un procedimiento para la producción de fosfato monoamónico mediante el uso de un solvente compuesto de tributilfosfato en un diluyente de queroseno. El procedimiento comprende poner en contacto el

50 solvente de tributilfosfato, que se carga con ácido fosfórico, con una solución de fosfato diamónico en una relación de fase orgánica a acuosa de aproximadamente 3:1 para formar un solvente agotado y cristales de fosfato monoamónico en una solución de fosfato monoamónico. Se menciona además que el licor madre se puede separar y tratar con amoníaco para producir una solución de fosfato diamónico que se puede reciclar.

55 Sin embargo, muchos experimentos realizados por el solicitante de la presente invención descubrieron que la separación de un solvente compuesto de tributilfosfato en queroseno con una solución de fosfato diamónico según el procedimiento descrito en la patente rusa 424849 da como resultado una formación de emulsión severa cuando el solvente separado se vuelve a contactar con ácido fosfórico para una mayor extracción de fosfato. La formación de emulsión hace que el procedimiento no sea operativo en aplicaciones industriales donde se requiere una recirculación eficiente del solvente.

60

RESUMEN

Un objetivo general de la presente invención es producir fosfato mono o diamonio totalmente soluble, puro y bien definido, evitando problemas con la técnica anterior. Un objetivo adicional es permitir la producción de fosfatos amónicos sólidos sin necesidad de evaporación de agua con equipos asociados como evaporadores, sistemas de distribución de vapor, etc., así como una fuente de energía para la producción de calor. Otro objetivo es permitir la producción de fosfatos amónicos sólidos mediante el uso de extracción líquido-líquido de una manera robusta que permita la recirculación eficiente de los líquidos del procedimiento. Se discuten objetivos adicionales en relación con las diferentes realizaciones presentadas más adelante.

10 Los objetivos anteriores se logran mediante procedimientos y dispositivos según las reivindicaciones de patente independientes adjuntas. Las realizaciones preferidas de la invención están definidas en las reivindicaciones de patente dependientes anexas. En palabras generales, en un primer aspecto, una disposición para la producción de fosfatos amónicos puro comprende una sección de extracción, una sección de separación y disposiciones de tratamiento final. La sección de extracción está configurada para realizar una extracción líquido-líquido de fosfato entre un líquido de alimentación que comprende ácido fosfórico y un solvente. El solvente tiene una solubilidad en agua de menos del 2%, y preferentemente por debajo del 1%. El líquido de alimentación está esencialmente libre de iones nitrato. La sección de extracción tiene una primera entrada de extracción para la provisión del líquido de alimentación, una segunda entrada de extracción para la provisión del solvente, una primera salida de extracción para la entrega del líquido de alimentación al menos parcialmente agotada en fosfato y una segunda salida de extracción para la entrega del solvente cargado con fosfato. La sección de separación está configurada para realizar una extracción líquido-líquido de fosfato entre el solvente cargado con fosfato y una solución de separación. La sección de separación tiene una primera entrada de separación, conectada a la segunda salida de extracción, para la provisión del solvente cargado con fosfato, una segunda entrada de separación para la provisión de solución de separación de entrada, una primera salida de separación para suministrar el solvente al menos parcialmente agotado en fosfato y una segunda salida de separación para entregar una solución de separación de salida. La primera salida de separación está conectada a la segunda entrada de extracción para recircular el solvente, al menos parcialmente empobrecido en fosfato, para una mayor extracción de fosfato. La solución de separación es una solución acuosa de fosfato amónico, en donde al menos el 80% del fosfato amónico en la solución de separación de entrada es fosfato monoamónico y/o en donde el solvente es un alcohol inmiscible con agua. Las disposiciones de tratamiento final comprenden una fuente de amoniaco, una disposición de adición, una disposición de enfriamiento, un eliminador de precipitados y un sistema de recirculación. La disposición de adición está conectada a la fuente de amoniaco y está configurada para agregar amoniaco de la fuente de amoniaco en al menos una corriente parcial de la solución de separación. La disposición de enfriamiento está configurada para enfriar el calor generado por la reacción química cuando el amoniaco de la fuente de amoniaco se agrega a la corriente al menos parcial de la solución de separación. El eliminador de precipitado está configurado para separar cristales de la solución de separación cargada. El sistema de recirculación está conectado entre una salida del eliminador de precipitados y la segunda entrada de separación de la sección de separación. El sistema de recirculación está configurado para reutilizar la solución de separación del eliminador de precipitado como solución de separación de entrada.

En un segundo aspecto, un procedimiento para la producción de fosfatos amónicos puro comprende la extracción de fosfato de un líquido de alimentación que comprende ácido fosfórico mediante una extracción líquido-líquido en un solvente. El solvente tiene una solubilidad en agua de menos del 2% y preferentemente menos del 1%. El líquido de alimentación está esencialmente libre de iones nitrato. Se separa del solvente al menos una parte del fosfato mediante una extracción líquido-líquido en una solución de separación. La solución de separación es una solución acuosa de fosfato amónico. Se separan la solución de separación cargada con fosfato separado y el solvente al menos parcialmente agotado en fosfato. El solvente, al menos parcialmente agotado en fosfato, se recircula para una mayor extracción de fosfato en la extracción. Al menos el 80% del fosfato amónico en la solución de separación de entrada es fosfato monoamónico y/o el solvente es un alcohol inmiscible con agua. Se agrega amoniaco en al menos una corriente parcial de la solución de separación. El calor generado cuando dicho amoniaco se agrega a dicha al menos una corriente parcial de dicha solución de separación se enfría. Los cristales se eliminan de la solución de separación cargada. La solución de separación se recircula después de la etapa de eliminar cristales para usarla como entrada de solución de separación en el procedimiento de separación.

Una ventaja con la presente invención es que es posible producir fosfato mono o diamonio totalmente soluble, puro y bien definido bien producido en un procedimiento industrialmente aplicable de una manera eficiente y económica. Se discuten ventajas adicionales en relación con las diferentes realizaciones presentadas más adelante.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

La invención, junto con otros objetivos y ventajas de la misma, puede comprenderse de la mejor manera al referirse a la siguiente descripción, tomándola junto con el dibujo y tablas adjuntos, en los que:

La figura 1 es un diagrama de flujo de las etapas de una realización de un procedimiento para la producción de fosfatos amónicos;

La figura 2 es un esquema de bloques de una realización de una disposición para la producción de fosfato monoamónico;

5 La figura 3 es un esquema de bloques de una realización de una disposición para la producción de fosfato diamónico;

La figura 4 es un esquema de bloques de una realización de una disposición para la producción de fosfato monoamónico y fosfato diamónico;

La figura 5 es un esquema de bloques de otra realización de una disposición para la producción de fosfato monoamónico y fosfato diamónico;

10 La figura 6 es un esquema de bloques de otra realización de una disposición para la producción de fosfato diamónico;

La figura 7 es un esquema de bloques de otra realización de una disposición para la producción de fosfato monoamónico; y

La figura 8 es un esquema de bloques de otra realización más de una disposición para la producción de fosfato monoamónico y fosfato diamónico.

15

DESCRIPCIÓN DETALLADA

Parte de la terminología utilizada con frecuencia en la presente divulgación debe interpretarse de la siguiente manera:

20 *Solvente* - Una fase líquida, típicamente orgánica, que disuelve preferentemente las especies de soluto extraíbles de una solución acuosa.

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

25 *Extracción solvente (extracción líquida líquida)* - 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.

Separación - El desplazamiento del solvente de los iones o ácidos eliminados de la solución del procedimiento para preparar el solvente para su reutilización.

30

Diluyente - Un líquido, típicamente orgánico, en el que un extractante se disuelve para formar un solvente.

Refinado - Una fase acuosa de la que se ha eliminado un soluto por extracción.

35 La presente descripción se basa en la extracción de ácido fosfórico con un solvente inmiscible con agua o al menos sustancialmente inmiscible con agua. Se sugieren varios solventes inmiscibles en agua en la literatura como adecuados para la extracción de ácido fosfórico.

Los solventes sugeridos generalmente se pueden dividir en los siguientes grupos: a) fosfatos de alquilo como tributilfosfato, 40 b) aminas como tri-n-octilamina, c) alcoholes como alcohol isoamílico, alcohol n-amílico, ciclohexanol, metilciclohexanol, alcohol amílico terciario, isobutanol, n-butanol, heptanol, d) cetonas como metilisobutilcetona, metilpropilcetona, dietilcetona, metil etil cetona, metil-n-butil cetona, e) amidas como butil acetamida, f) aldehídos como benzaldehído, g) ésteres como acetato de etilo, acetato de butilo, acetato de amilo, ciclohexanona, h) éteres como éter dietílico, di-n-amil éter y éteres de glicol como di-etilenglicol.

45

Todos los solventes mencionados anteriormente se clasifican como inmiscibles en agua. Sin embargo, la mayoría de los solventes mencionados tienen, de hecho, una solubilidad relativamente alta en agua que puede dar lugar a la contaminación de las corrientes acuosas y del producto final con trazas del solvente. La alta solubilidad en agua generalmente requiere la recuperación del solvente disuelto de los vapores acuosos por destilación, que es costosa y 50 compleja. Por ejemplo, el n-butanol tiene una solubilidad en agua de aproximadamente 90 gramos por litro a temperatura ambiente. Varios de los solventes mencionados tienen otras desventajas además de la alta solubilidad, como la inflamabilidad y la sujeción al riesgo de explosión, por ejemplo, di-isopropil éter.

Además, varios de los solventes mencionados muestran muy poca capacidad de extracción para el ácido fosfórico por 55 debajo de un umbral de concentración específico. Esto significa que el ácido fosfórico de alimentación debe tener inicialmente una alta concentración, que generalmente requiere concentración del ácido por evaporación del agua. Además, solo es posible la extracción parcial de ácido fosfórico con tales solventes. Un ejemplo típico de un solvente con concentración umbral para la extracción de ácido fosfórico es la metil isobutil cetona. En general, los éteres, ésteres y cetonas seleccionadas tienen una concentración umbral para la extracción de ácido fosfórico y, por lo tanto, no son 60 adecuados para extraer fosfato de fuentes de baja concentración,

El tributilfosfato se usa comúnmente en la industria del fosfato para la purificación del ácido fosfórico por extracción líquido-líquido. El tributilfosfato no es inflamable, tiene baja toxicidad y muy baja solubilidad en agua de aproximadamente 0,4 gramos por litro a temperatura ambiente. Además, la solubilidad disminuye con el aumento de la temperatura. El tributilfosfato también tiene un coeficiente de distribución razonablemente constante, es decir, capacidad para extraer

5 ácido fosfórico, hasta una concentración baja de ácido fosfórico. Debido a la densidad relativamente alta del tributilfosfato, comúnmente se mezcla con un diluyente, como el queroseno alifático, para mejorar la separación física de las fases inmiscibles.

El tributilfosfato permite la extracción de ácido fosfórico con preferencia a sales disueltas como cloruros o sulfatos, y con

10 preferencia a ácidos disueltos como ácido clorhídrico o ácido sulfúrico. La presencia de sales o ácidos disueltos mejora la extracción de ácido fosfórico mediante un mecanismo de sal que puede permitir la extracción casi completa del ácido fosfórico.

Sin embargo, el tributilfosfato extrae ácido nítrico con preferencia al ácido fosfórico, lo que hace imposible la extracción

15 selectiva de ácido fosfórico del ácido nítrico. En general, los solventes, que tienen una baja solubilidad en agua, extraen ácido nítrico con preferencia al ácido fosfórico. Los solventes con mayor selectividad para el ácido fosfórico, como el alcohol amílico, tienen una alta solubilidad en agua y aún coextraen cantidades considerables de ácido nítrico. La principal ventaja de usar tributilfosfato como solvente para la extracción de ácido fosfórico es que la baja solubilidad en agua permite operar sin necesidad de destilar el solvente de las corrientes acuosas, lo cual es costoso y complejo.

Se mencionó anteriormente que la mayoría de los solventes adecuados tienen una solubilidad relativamente alta en agua, por ejemplo, la mayoría de los alcoholes. Sin embargo, los alcoholes que tienen cadenas de carbono relativamente largas también tienen una solubilidad en agua relativamente baja. Por lo tanto, un solvente alternativo para extraer ácido fosfórico

20 son los alcoholes de cadena larga de carbono, por ejemplo, heptanol, que tienen una solubilidad en agua de menos del 2%, y preferentemente menos del 1%. Si la solubilidad es inferior a dicho nivel, la cantidad de solvente que sigue a la corriente de agua se vuelve razonablemente baja para ser atendida por disposiciones no demasiado caras y complejas.

La patente rusa 424849 mencionada en la sección de antecedentes propuso el uso de un solvente compuesto de tributilfosfato en un diluyente de queroseno. Sin embargo, en muchos experimentos realizados por los presentes inventores,

30 se concluyó que el procedimiento según la patente rusa 424849 tiene inconvenientes importantes que la hacen prácticamente no operativa y, por lo tanto, no tiene aplicación industrial en un aspecto económico. Como se mencionó más arriba, se descubrió que la separación de un solvente compuesto por tributilfosfato en queroseno con una solución de fosfato diamónico según el procedimiento descrito en la patente rusa 424849 da como resultado una formación de emulsión severa cuando el solvente separado se vuelve a contactar con la solución de ácido fosfórico, por ejemplo, se

35 reutiliza en un procedimiento repetido de extracción - separación.

La causa de la formación de la emulsión se investigó más a fondo. Se descubrió que después de poner en contacto un solvente compuesto por tributilfosfato en queroseno con soluciones de fosfato diamónico de concentraciones variables,

40 se encontraron cristales muy pequeños en el solvente. El tamaño de los cristales era tan pequeño que solo son visibles con un microscopio. Las concentraciones probadas estaban de acuerdo con la patente rusa 424849, así como concentraciones más altas o más bajas, y en un amplio intervalo de relaciones de fase.

También se descubrió que los microcristales tardaban más de 24 horas en asentarse y, a veces, más de 48 horas. Después de que los cristales se han asentado, el solvente puede reutilizarse nuevamente para la extracción de ácido

45 fosfórico sin la formación de ninguna emulsión. La existencia de los cristales en la sección de separación causó los problemas de emulsión en la sección de extracción, cuando se recicló el solvente. En otras palabras, una sobrepresión de microcristales en un procedimiento de fabricación en una etapa posterior indujo problemas en un procedimiento de fabricación en una etapa anterior, mediada por el reciclaje del solvente. El tiempo de separación en un sistema de extracción líquido-líquido operacional suele ser inferior a 20 minutos. El tiempo de separación muy largo

50 requerido para el asentamiento de los microcristales hace que el procedimiento sea prácticamente no operativo, al menos para aplicaciones industriales económicamente interesantes y eficientes.

Se debe enfatizar que la emulsión no es observable en la sección de separación y no es hasta que el solvente separado se reutiliza para una mayor extracción de fosfato que ocurre la emulsión.

Además, los experimentos de prueba para eliminar los microcristales lavando con agua, ácido fosfórico o soluciones de fosfato monoamónico no tuvieron éxito. No fue posible disolver los cristales con las soluciones acuosas mencionadas y se formó una emulsión cuando el solvente volvió a ponerse en contacto con ácido fosfórico, también después de un lavado exhaustivo.

Se descubrió además que el ácido fosfórico probablemente era un ingrediente en los microcristales ya que al ponerlo en

contacto con tributilfosfato en queroseno agotado en ácido fosfórico con una solución de fosfato diamónico no dio lugar a ninguna formación de microcristales y la emulsión tampoco se formó en contacto posterior con ácido fosfórico. Por lo tanto, se cree que los microcristales probablemente están compuestos de fosfatos amónicos.

5 La adición de dodecanol como modificador a un tributilfosfato en solvente de queroseno no resolvió el problema de la emulsión. Cambiar el diluyente de queroseno alifático a un diluyente aromático o usar alcohol como heptanol como diluyente tampoco resolvió el problema de la emulsión.

Sin embargo, se descubrió sorpresivamente que un solvente compuesto de tributilfosfato en queroseno que está cargado con ácido fosfórico se puede separar con una solución saturada de fosfato monoamónico sin ninguna formación de microcristales en el solvente. En las pruebas se uso carga de solvente de 0.4 - 2 molar H_3PO_4 y el fosfato monoamónico fue aproximadamente 3,5 molar a temperatura ambiente. El solvente puede ser reutilizado inmediatamente después de la separación para la extracción de ácido fosfórico sin formación de emulsión.

15 En contraste con la separación con una solución de fosfato diamónico, que se basa en la conversión de ácido fosfórico en el solvente en fosfato monoamónico, se encontró que cuando la solución de separación se compone de separación de fosfato monoamónico se convierte en basado en equilibrio de extracción. En otras palabras, la concentración de ácido fosfórico residual en el solvente depende de la concentración de ácido fosfórico separado en la solución de fosfato amónico. En la tabla 1, las concentraciones de equilibrio de ácido fosfórico en un solvente compuesto de 80 por ciento en volumen de tributilfosfato y 20 por ciento en volumen de queroseno se muestran como una función del contenido de ácido fosfórico en una solución saturada de fosfato monoamónico. Las concentraciones se determinan durante la separación a temperatura ambiente y en una relación de fase orgánica a acuosa de 1.

Dado que la separación con una solución de fosfato monoamónico se basa en el equilibrio de extracción, la separación completa del ácido fosfórico del solvente requerirá más de una sola etapa de contacto. Sin embargo, en la tabla 1 se puede ver que la separación con una solución de fosfato monoamónico es eficiente. A una relación de fase orgánica a acuosa de 1:1 y una carga de ácido fosfórico de 1,65 molar, es posible la separación del 86% del contenido de ácido fosfórico en una sola etapa de contacto. De la tabla 1 se puede ver además que el procedimiento de separación se puede usar para concentrar ácido fosfórico en la solución de separación usando una relación de fase orgánica a acuosa mayor que 1 durante el procedimiento de separación. En realizaciones preferidas de la invención, la concentración de ácido fosfórico durante el procedimiento de separación puede aumentarse entre 2 veces y más de 5 veces la concentración original.

Tabla 1. Concentraciones de equilibrio de ácido fosfórico en función del contenido de ácido fosfórico en solución saturada de fosfato monoamónico.

H_3PO_4 molar en solvente inmiscible con agua	H_3PO_4 molar en $NH_4H_2PO_4$ saturado
0,23	1,42
0,46	2,39
0,78	3,49
1	4,33

Una ventaja general del uso de una solución de fosfato amónico en comparación con el uso de una solución de fosfato amónico es que el fosfato amónico tiene una viscosidad más baja en comparación con el fosfato amónico, lo que hace que la separación de fases sea más rápida y más completa. En general, debido a una mayor densidad, se descubrió que la separación con fosfato monoamónico era considerablemente superior a la separación convencional con agua con respecto al tiempo de separación y la integridad de la separación.

Además, se descubrió que la separación del ácido fosfórico de un solvente de tributilfosfato cargado con una solución de fosfato monoamónico de cualquier concentración se puede realizar en cualquier relación de fase sin formación de precipitados, siempre que la temperatura inicial de la solución de fosfato monoamónico sea por debajo de un nivel en el que la solubilidad del fosfato monoamónico disminuye por la separación del ácido fosfórico. Esto significa que la extracción líquido-líquido en la mayoría de las realizaciones es una extracción de dos fases. Por lo tanto, la temperatura de la solución inicial de fosfato monoamónico, si está saturada, debe ser preferentemente inferior a 50 °C y lo más preferentemente inferior a 40 °C. Además, la temperatura de la solución de fosfato monoamónico no debe disminuirse durante el procedimiento de separación por debajo de un nivel establecido por la diferencia entre la solubilidad del fosfato monoamónico y su concentración en la solución para no formar precipitados. Sin embargo, si la solución de fosfato monoamónico no está saturada, la temperatura también puede ser superior a 50 °C.

Una ventaja de usar fosfato monoamónico para la separación es que la separación en la mayoría de las realizaciones implica solo dos fases, una orgánica y otra acuosa, sin formación de precipitados. Esto permite operar con equipos convencionales de extracción líquido-líquido, como columnas pulsadas, sedimentadores de mezcla o cualquier otro equipo de extracción líquido-líquido, como columnas agitadas, columnas no agitadas, mezcladores en línea, contactores centrífugos, etc.

Se realizaron investigaciones adicionales sobre el uso de mezclas de fosfato de mono y diamonio para separar un solvente compuesto de tributilfosfato en queroseno. Los resultados se resumen en la tabla 2.

10

Tabla 2. Formación de emulsión durante la separación con mezclas de $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ y $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$.

Porcentaje de $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ (en base molar)	Porcentaje de $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ (en base molar)	Formación de emulsión
50	50	Sí
33	67	Sí
25	75	Sí
20	80	No

La Tabla 2 muestra si la emulsión se forma o no durante la separación de un solvente compuesto de 80 por ciento en volumen de tributilfosfato y 20 por ciento en volumen de queroseno y con una carga de 0.9 - 1.6 molar H_3PO_4 , con mezclas de $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ y $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$. La concentración de fosfato en todas las soluciones utilizadas para la separación se ajustó a 3,5 molar. Se puede ver que la separación con mezclas de fosfato de mono y diamonio da como resultado la formación de emulsiones, cuando el solvente separado posteriormente se reutiliza para la extracción de ácido fosfórico, con un contenido de fosfato diamónico superior al 25% en base molar. La separación con una solución compuesta de fosfato monoamónico con un contenido de fosfato diamónico del 20% en base molar no da como resultado la formación de microcristales en el solvente y no se forma una emulsión durante la extracción posterior de ácido fosfórico. Según algunas observaciones, se cree que con un contenido bajo de fosfato diamónico, la precipitación tiene lugar en la fase acuosa. En otras palabras, el ácido fosfórico se elimina inicialmente del solvente a la fase acuosa y, posteriormente, se forman cristales de fosfato monoamónico en la fase acuosa y, por lo tanto, no se forman microcristales en el solvente. Con un alto contenido de fosfato diamónico, se forman microcristales directamente en el solvente, incluso si se agregan artificialmente grandes cristales de semillas de fosfato monoamónico durante el procedimiento de separación.

Las aminas como la tri-n-octilamina son solventes inmiscibles en agua con muy baja solubilidad en agua (<50 ppm) que son adecuadas para la extracción de ácido fosfórico. Las pruebas de tri-n-octilamina (dodecanol al 20% como modificador, queroseno alifático al 55% como diluyente) como solvente para la extracción de ácido fosfórico y la separación con fosfato amónico dieron resultados similares a los obtenidos para el tributilfosfato. La separación de un solvente de amina cargado con una solución de fosfato diamónico dio como resultado una formación de emulsión severa que hace que el procedimiento no sea operativo. La separación de un solvente de amina cargado con una solución de fosfato monoamónico no dio como resultado ninguna formación de emulsión al reutilizar el solvente. La separación de un solvente de amina cargado con una mezcla de $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ y $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ resultó en una formación de emulsión que hace que el procedimiento no sea operativo. Mientras que la separación de un solvente de amina cargada con 80% de $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ y 20% $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ no resultó en la formación de emulsión al reutilizar el solvente.

El heptanol es un solvente inmiscible con agua con una solubilidad en agua relativamente baja que tiene un coeficiente de distribución razonablemente constante hasta una concentración baja de ácido fosfórico. La solubilidad en agua de heptanol es de aproximadamente 1 gramo por litro, que es más del doble de la solubilidad en agua del tributilfosfato. En general, los alcoholes con un mayor número de átomos de carbono tienen una solubilidad menor en agua, pero la extracción de ácido fosfórico disminuye con un mayor número de átomos de carbono. Sin embargo, la solubilidad en agua del heptanol es aún suficientemente baja para permitir la operación sin necesidad de destilar el solvente. Una desventaja adicional del heptanol en comparación con el tributilfosfato es que la extracción de ácido fosfórico con heptanol es considerablemente menos eficiente. La carga de ácido fosfórico obtenida con heptanol es aproximadamente la mitad que la obtenida con tributilfosfato. Sin embargo, aunque el heptanol es inferior al tributilfosfato, todavía puede usarse para la extracción de fosfato.

También se ha encontrado sorpresivamente que la separación de un solvente de heptanol, cargado con ácido fosfórico, con una solución de fosfato diamónico no da como resultado microcristales restantes en el solvente. Por lo tanto, el solvente de heptanol puede reutilizarse directamente para la extracción de ácido fosfórico sin formación de ninguna emulsión. No hubo correlación entre la viscosidad o la densidad y la formación de microcristales restantes en el solvente.

Las aminas tienen una densidad menor en comparación con el tributilfosfato y aún se forman emulsiones al separarlas con una solución de fosfato diamónico. El heptanol tiene una viscosidad más alta en comparación con el tributilfosfato y la emulsión no se forma al separarlo con una solución de fosfato diamónico y al volver a ponerse en contacto con ácido fosfórico.

- 5 En base a los resultados sorprendentes presentados anteriormente, se puede delinear una disposición ventajosa para la producción de fosfatos amónicos puro. La disposición implica una sección de extracción, una sección de separación y disposiciones de tratamiento final. Las diferentes partes son íntimamente interdependientes con respecto a la composición de los líquidos utilizados. La sección de extracción realiza una extracción líquido-líquido de fosfato entre un líquido de alimentación que comprende ácido fosfórico y un solvente. El solvente tiene una solubilidad en agua de menos del 2%. Esto permite la producción de precipitados de fosfato amónico con niveles satisfactorios de solvente adherente. Además, el líquido de alimentación debe estar esencialmente libre de iones nitrato, ya que los solventes adecuados en general extraen ácido nítrico con preferencia al ácido fosfórico. La sección de separación realiza una extracción líquido-líquido de fosfato entre el solvente cargado con fosfato y una solución de separación. El solvente empobrecido en fosfato se conecta nuevamente a la sección de extracción para una mayor extracción de fosfato. La solución de separación es una solución acuosa de fosfato amónico. Según los hallazgos anteriores, se debe cumplir al menos una de dos condiciones. Una primera condición es que al menos el 80% del fosfato amónico en la solución de separación de entrada es fosfato monoamónico. La segunda condición es que el solvente es un alcohol inmiscible con agua.
- 20 Mediante tales disposiciones, se proporciona una solución de separación cargada con fosfato de una manera adecuada para la producción industrial. La solución de separación cargada se trata a continuación de diferentes maneras para obtener un MAP bien definido y/o un DAP bien definido. Tales arreglos de tratamiento final utilizan una fuente de amoníaco. Una disposición de adición está conectada a la fuente de amoníaco y agrega el amoníaco en al menos una corriente parcial de la solución de separación. El calor se genera mediante la adición de amoníaco y, por lo tanto, se proporciona una disposición de enfriamiento para eliminar ese calor. La disposición también comprende un eliminador de precipitados que separa los cristales de MAP o DAP de la solución de separación cargada. Finalmente, se conecta un sistema de recirculación entre el eliminador de precipitado y la sección de separación para permitir la reutilización de la solución de separación del eliminador de precipitado como solución de separación de entrada en la sección de separación.
- 30 La presente estrategia descrita aquí anteriormente permite la producción de fosfato mono o diamonio limpio y bien definido en una misma planta sin necesidad de concentrar ácido fosfórico por evaporación del agua. Esto se obtiene mediante una combinación de extracción líquido-líquido y precipitación química mediante la cual se evitan las emulsiones y la formación de crudo debido a precipitados que no se depositan debido a las propiedades específicas de la solución de separación y/o solvente. En realizaciones preferidas de la invención, se evitan adicionalmente problemas operativos tales como la formación de precipitados durante la separación del solvente, la producción de precipitados de fosfato amónico con niveles insatisfactorios de solvente adherente.

La figura 1 ilustra un diagrama de flujo de etapas de un procedimiento para la producción de fosfatos amónicos puro. El procedimiento empieza en la etapa 200. En la etapa 210, el fosfato se extrae de un líquido de alimentación que comprende ácido fosfórico mediante una extracción líquido-líquido en un solvente. El solvente tiene una solubilidad en agua de menos del 2%. El líquido de alimentación además está esencialmente libre de iones nitrato. El solvente se separa en la etapa 212 de al menos una parte del contenido de fosfato mediante una extracción líquido-líquido en una solución de separación. Al menos el 80% del fosfato amónico en la solución de separación de entrada es fosfato monoamónico y/o el solvente es un alcohol inmiscible con agua. La solución de separación cargada con fosfato separado y el solvente agotado al menos parcialmente en fosfato se separan en la etapa 214. En la etapa 216, el solvente, al menos parcialmente agotado en fosfato, se recicla para una extracción adicional de fosfato en la etapa de extracción 210.

En la etapa 220, se agrega amoníaco en al menos una corriente parcial de la solución de separación. En la etapa 222, el calor generado cuando el amoníaco se agrega a la corriente al menos parcial de la solución de separación se enfría, total o parcialmente. Los cristales de la solución de separación cargada se eliminan en la etapa 224. En la figura, las etapas 220-224 se ilustran como etapas posteriores. Sin embargo, dado que describen diferentes procedimientos de circulación, sus dependencias relativas en el tiempo y los líquidos del procedimiento pueden diferir de una realización a otra. Sin embargo, todas las etapas 220-224 se realizan en todas las realizaciones de una forma u otra. En la etapa 226, la solución de separación se recicla después de la etapa de eliminar cristales 224 para usarla como entrada de solución de separación en la etapa de separación 212. El procedimiento termina en la etapa 299.

A continuación se presentarán varias realizaciones de las ideas actuales para describir las ventajas y las posibilidades de variedad.

60 Una realización de una disposición 100 para la producción de fosfatos amónicos puro, en esta realización fosfato monoamónico, se ilustra en detalle en la figura 2. Un líquido de alimentación que contiene ácido fosfórico 1 se alimenta a

una sección de extracción 10 configurada para realizar una extracción líquido-líquido de fosfato entre el líquido de alimentación 1 y un solvente 5. El solvente 5 es inmiscible con agua y tiene una solubilidad en agua de menos del 2%. El solvente inmiscible con agua 5 es en esta realización particular tributilfosfato en queroseno alifático.

5 El líquido de alimentación de ácido fosfórico 1 se obtiene típicamente digiriendo un material que contiene fósforo con un ácido mineral. El material que contiene fósforo puede ser fosfato de roca u otro material que contenga fósforo, como cenizas ricas en fósforo, como cenizas de lodos de aguas residuales incineradas, cenizas de residuos de mataderos incinerados, cenizas de estiércol, etc. El ácido mineral utilizado para la digestión debe ser preferentemente de ácido sulfúrico, ácido clorhídrico o ácido fosfórico para obtener una extracción selectiva de ácido fosfórico.

10 La concentración de ácido fosfórico en la solución de lixiviación puede ser muy baja, como por debajo del 7% de P_2O_5 o incluso por debajo del 4% de P_2O_5 . Las soluciones diluidas de ácido fosfórico son típicas de las soluciones de lixiviación de cenizas de lodos. Cuando se procesan soluciones de lixiviación diluidas, es una ventaja que la solución también contenga sales disueltas o ácidos que no se extraen con preferencia al ácido fosfórico pero que tienen un efecto salino
15 que permite la extracción casi completa del ácido fosfórico a bajas concentraciones. Las soluciones de lixiviación con mayor concentración de ácido fosfórico pueden, por supuesto, procesarse según la invención. No hay límite en la concentración máxima de ácido fosfórico.

En realizaciones alternativas, el líquido de alimentación de ácido fosfórico 1 se puede proporcionar de otras maneras. La
20 forma particular en que se proporciona el líquido de alimentación de ácido fosfórico 1 no influye sustancialmente en las ideas principales en las presentes divulgaciones, siempre que el líquido de alimentación esté esencialmente libre de iones nitrato, como se discutió más arriba.

Dado que el objetivo principal de las ideas presentadas en la presente descripción es permitir la producción de fosfatos
25 amónicos sin necesidad de concentrar ácido fosfórico por evaporación del agua, es obvio y más beneficioso que la concentración de ácido fosfórico sea la máxima concentración prácticamente posible de obtener por digestión con un ácido. La digestión de rocas de fosfato con ácido sulfúrico según el procedimiento de dihidrato generalmente produce una concentración de ácido fosfórico de aproximadamente 28% de P_2O_5 . La solución acuosa de lixiviación se pretrata
30 opcionalmente para eliminar compuestos iónicos como hierro, flúor, etc.

La sección de extracción 10 tiene una primera entrada de extracción 11 para la provisión del líquido de alimentación 1, y una segunda entrada de extracción 13 para la provisión del solvente 5. La sección de extracción 10 también tiene una primera salida de extracción 12 para suministrar el refinado o el líquido de alimentación 2, al menos parcialmente agotado
35 en fosfato, y una segunda salida de extracción 14 para suministrar el solvente 3 cargado con fosfato.

Como se discutió previamente, se puede usar cualquier solvente orgánico capaz de eliminar el fósforo de las soluciones
acuosas. El mecanismo de extracción de fósforo puede ser la solvatación del ácido fosfórico o tanto la asociación iónica como la solvatación. La composición del solvente orgánico debe seleccionarse según la concentración de la alimentación
40 de ácido fosfórico, la presencia de ácidos o sales adicionales, etc. para obtener una alta capacidad de carga y un procedimiento de extracción operativo efectivo. El tributilfosfato en queroseno alifático se usa como un solvente preferido en la presente realización.

La temperatura del solvente inmiscible con agua 5 es preferentemente inferior a 60 °C ya que las temperaturas más bajas
45 generalmente favorecen la extracción de ácido fosfórico.

El procedimiento de extracción líquido-líquido en la sección de extracción 10 es preferentemente un procedimiento
continuo de extracción líquido-líquido que usa preferentemente equipo de extracción líquido-líquido tal como columnas pulsadas. Sin embargo, se puede usar cualquier otro equipo de extracción líquido-líquido, como columnas agitadas,
50 columnas no agitadas, sedimentadores de mezcla, mezcladores en línea, contactores centrífugos, etc.

El refinado 2, es decir, el líquido de alimentación que se agota al menos parcialmente en fosfato, se lleva a un tratamiento
adicional, como la reutilización para la disolución, etc.

El solvente inmiscible con agua 3 que se carga con ácido fosfórico se lava opcionalmente con una solución acuosa para
55 eliminar las impurezas coextraídas.

La carga del solvente 3 depende de la concentración de ácido fosfórico en el líquido de alimentación 1, la concentración
de sales y ácidos disueltos, la relación de fase del solvente inmiscible con agua de entrada 5 para alimentar el líquido 1, así como el número de etapas de contacto durante la extracción en la sección de extracción 10. Una ventaja especial con
60 la presente realización es que se puede obtener un alto rendimiento de producción de fosfato amónico incluso con una carga muy baja de ácido fosfórico en el solvente 3. La carga de ácido fosfórico en el solvente 3 puede ser inferior al 2%

de P_2O_5 y todavía se puede obtener un alto rendimiento de fosfato amónico sólido aumentando la concentración de ácido fosfórico durante el procedimiento de separación. Por supuesto, la carga del solvente 3 puede ser mayor. Una solución de alimentación típica obtenida de la digestión del fosfato de roca con ácido sulfúrico según el procedimiento de dihidrato generalmente produce una carga de ácido fosfórico de aproximadamente 6% de P_2O_5 en el solvente no miscible en agua
5 3.

Volviendo a la figura 2, el solvente inmiscible con agua cargado de fósforo 3 se proporciona después a una sección de separación 20. La sección de separación 20 está configurada para realizar una extracción líquido-líquido de fosfato entre el solvente cargado con fosfato 3 y una solución de separación 4. La solución de separación 4 es una solución acuosa de fosfato amónico. En la presente realización, sustancialmente todo el fosfato amónico en la solución de separación de entrada 4 es fosfato monoamónico.
10

La sección de separación 20 tiene una primera entrada de separación 21, conectada a la segunda salida de separación 14, para proporcionar el solvente 3 cargado con fosfato. La sección de separación 20 también tiene una segunda entrada de separación 24 para proporcionar la solución de separación de entrada 4. La sección de separación 20 tiene además una primera salida de separación 22 para suministrar el solvente 5 al menos parcialmente agotado en fosfato, y una segunda salida de separación 23 para suministrar la solución de separación de salida 6. La primera salida de separación 22 está conectada a la segunda entrada de extracción 13 para recircular el solvente 5 al menos parcialmente agotado en fosfato para una extracción adicional de fosfato en la sección de extracción 10.
15

La sección de separación 20 es preferentemente un procedimiento continuo de extracción líquido-líquido que usa preferentemente equipo de extracción líquido-líquido tal como columnas pulsadas o sedimentadores de mezcla. Sin embargo, se puede usar cualquier otro equipo de extracción líquido-líquido, como columnas agitadas, columnas no agitadas, mezcladores en línea, contactores centrífugos, etc.
20

Cuando se produce fosfato monoamónico según la presente realización, la solución de fosfato amónico 4 es preferentemente una solución de fosfato monoamónico reciclado, por ejemplo, que tiene una concentración de aproximadamente 30 por ciento en peso y un pH de aproximadamente 3,5.
25

En los casos en que la carga de ácido fosfórico en el solvente es baja, la concentración de ácido fosfórico aumenta durante el procedimiento de separación mediante el uso de una relación de fase orgánica a acuosa mayor que 1. Esto requiere varias etapas de contacto para obtener la separación completa del ácido fosfórico. La concentración de ácido fosfórico durante el procedimiento de separación generalmente se puede aumentar entre 2 veces y más de 5 veces la concentración original. La solución de separación de salida 6 está en la presente realización compuesta de una mezcla de $NH_4H_2PO_4$ y H_3PO_4 en el caso de usar una solución de $NH_4H_2PO_4$ para la separación. La solución de separación de salida 6 se proporciona a una serie de disposiciones de tratamiento final 90.
30
35

Las disposiciones de tratamiento final 90 de la presente realización comprenden una fuente de amoníaco 60. Además, una disposición de adición 70 está conectada a la fuente de amoníaco 60. La disposición de adición 70 está configurada para agregar amoníaco de la fuente de amoníaco 60 en al menos una corriente parcial 71 de la solución de separación. En esta realización, una parte de una solución de separación 9 que sale de un eliminador de precipitados 40, que se describirá más adelante, se desvía y el amoníaco de la fuente de amoníaco 60 se agrega a esa corriente parcial 71. En la presente realización, la corriente parcial 71 comprende una solución de fosfato monoamónico 72, y al agregar el amoníaco, la solución se transfiere a una solución de fosfato diamónico 73.
40

La adición de amoníaco a la corriente parcial 71 de solución acuosa de fosfato amónico da como resultado la generación de calor. Este procedimiento es, por lo tanto, un procedimiento exotérmico y en la presente realización utilizada para la producción de fosfato monoamónico, la solución amoniacal resultante 73 está compuesta de una mezcla de $NH_4H_2PO_4$ y $(NH_4)_2HPO_4$, que además se calienta. Por lo tanto, se proporciona una disposición de enfriamiento 50, configurada para enfriar el calor generado cuando el amoníaco de la fuente de amoníaco 60 se agrega a la corriente parcial 71 de la solución de separación. Este calor de neutralización se elimina preferentemente mediante un intercambiador de calor 52. Una solución enfriada de una mezcla de fosfato monoamónico y fosfato diamónico 51 abandona la disposición de enfriamiento 50.
45
50

Como se discutirá más adelante, la solución de una mezcla de fosfato monoamónico y fosfato diamónico 73 se enfría preferentemente más de lo que se proporciona mediante la adición de amoníaco. La adición de amoníaco a una solución saturada de $NH_4H_2PO_4$ 72 da como resultado un aumento considerable en el límite de solubilidad de las especies iónicas en solución, siempre que la adición de amoníaco alcance un cierto nivel. Esto permite enfriar la solución de fosfato amónico 51 a una temperatura inferior a la temperatura de la solución de separación 6 sin formación de precipitados. El intercambio de calor se puede realizar sin formación de incrustaciones en los intercambiadores de calor.
55
60

Según la literatura, se sabe que la neutralización del ácido fosfórico en fosfato diamónico produce una mayor liberación de calor (1510 kcal/kg de NH_3 gaseoso reaccionado, o 990 kcal/kg de NH_3 líquido reaccionado) en comparación con la neutralización de fosfato monoamónico a fosfato diamónico (1130 kcal/kg de NH_3 gaseoso reaccionado, o 610 kcal/kg de NH_3 líquido reaccionado). Esto significa que al agregar amoníaco a una solución saturada de fosfato monoamónico, la
5 generación de calor total es menor en comparación con la producción de fosfato monoamónico por neutralización directa del ácido fosfórico con amoníaco.

Además, según una realización preferida de la invención según la figura 2, el intercambio de calor se puede realizar usando refrigeración por amoníaco. De esa manera, el efecto de enfriamiento de convertir el amoníaco líquido en
10 amoníaco gaseoso puede usarse para eliminar el calor de neutralización. El amoníaco gaseoso obtenido se puede utilizar como el amoníaco de alimentación. Por supuesto, el intercambio de calor se puede realizar intercambiando calor con otros líquidos como el agua o gases como el aire.

La adición de amoníaco debería ser preferentemente proporcional a la carga de fosfato en el solvente inmiscible con agua
15 3. La conductividad disminuye y el nivel de pH aumenta con la disminución de la concentración de ácido fosfórico en el solvente. La adición de amoníaco se puede controlar mediante el control del pH y/o la conductividad en el solvente 3 con un sensor adecuado. Otra alternativa es controlar el pH y/o la conductividad en la solución de separación 6 o en el circuito de reutilización antes o después de la adición de amoníaco con sensores adecuados.

En realizaciones alternativas, es posible agregar amoníaco de la fuente de amoníaco directamente a la solución de
20 separación 6 para formar fosfato monoamónico a partir del ácido fosfórico restante. Sin embargo, la neutralización del ácido fosfórico con amoníaco es altamente exotérmica y produce una formación de calor significativa que a continuación debe eliminarse en el procedimiento. La generación de calor es de aproximadamente 20 °C por neutralización de ácido fosfórico 1 molar a fosfato monoamónico con amoníaco líquido y aproximadamente 25 °C por neutralización de ácido
25 fosfórico 1 molar a fosfato monoamónico con amoníaco gaseoso. La neutralización directa de una solución de separación 6, que contiene aproximadamente 3,5 moles de ácido fosfórico, produce un aumento de temperatura de aproximadamente 88 °C cuando se usa amoníaco gaseoso. La solubilidad de los fosfatos amónicos depende mucho de la temperatura. Por ejemplo, la solubilidad del fosfato monoamónico a 20 °C es de aproximadamente 40 g por 100 ml de agua y a 100 °C la solubilidad aumenta a aproximadamente 170 g por 100 ml de agua. Esto implica que si se agrega amoníaco directamente
30 a la solución de separación 6 que contiene ácido fosfórico, no hay precipitación de fosfatos amónicos debido a una mayor solubilidad a una temperatura más alta. De hecho, es posible enfriar la solución de separación 6 después de la adición de amoníaco por intercambio de calor. Sin embargo, dado que la solubilidad de los fosfatos amónicos depende de la temperatura, este procedimiento puede dar como resultado la cristalización de fosfatos amónicos en los intercambiadores de calor, lo que reduce la eficiencia del intercambio de calor y requiere la eliminación frecuente de incrustaciones, lo que
35 no es deseable y dificulta el funcionamiento continuo.

Por lo tanto, preferentemente, según la realización de la figura 2, la precipitación espontánea de fosfato monoamónico se produce al mezclar la solución de separación 6 con la solución 51 de fosfato diamónico reciclado y enfriado en un reactor de mezcla 30. Se descubrió que si la solución de separación 6 y la solución de fosfato diamónico reciclado 51 tienen la
40 misma temperatura, el aumento de temperatura durante la precipitación del fosfato monoamónico es solo de aproximadamente 2 °C por fosfato precipitado molar. Para una concentración de ácido fosfórico de 3,5 molar en la solución de separación 6, el aumento de temperatura es solo de aproximadamente 7 °C en el reactor de mezcla 30. En comparación con un aumento de temperatura de aproximadamente 88 °C para neutralizar la solución de separación directamente con amoníaco gaseoso, dicho aumento de temperatura se maneja fácilmente. Como se mencionó anteriormente, la solución
45 de fosfato diamónico reciclado y enfriado 51 puede controlarse para que tenga una temperatura que sea más baja que la temperatura de la solución de separación 6, que puede compensar el aumento de temperatura durante la precipitación del fosfato monoamónico, obtenido al combinar la solución de separación 6 con la solución de fosfato diamónico reciclado 51.

En otras palabras, la disposición de enfriamiento está configurada para mantener una temperatura de la solución de
50 separación cargada por debajo de una temperatura de saturación para fosfato monoamónico, por lo que precipitan cristales de fosfato monoamónico. El enfriamiento se realiza preferentemente en una corriente de fosfato amónico en la que no se produce precipitación. En una realización preferida de la invención, la disposición de adición 70 comprende la disposición de enfriamiento 50. El enfriamiento real también se puede realizar de diferentes maneras. La disposición de
55 enfriamiento 50 puede funcionar, por ejemplo, en la corriente líquida en la que se va a añadir el amoníaco, es decir, antes de la mezcla. La disposición de enfriamiento 50, alternativamente o en combinación, también puede operar en la corriente líquida en la que se ha añadido el amoníaco. Finalmente, también se puede enfriar el amoníaco que se va a agregar. La disposición de enfriamiento 50 es típicamente un dispositivo de intercambio de calor 52. Sin embargo, también se pueden utilizar otras disposiciones alternativas de enfriamiento 50, tales como elementos Peltier, enfriamiento por conducción de
60 calor, etc.

De esta manera, según la presente realización, la precipitación de fosfato monoamónico se produce en el reactor de mezcla 30 sin ningún requisito de enfriar el propio reactor de mezcla 30. De esta manera, se evita la cristalización del fosfato amónico en los intercambiadores de calor, lo que mejora la eficiencia del intercambio de calor del procedimiento y hace que la operación continua sea fácil y robusta sin necesidad de eliminar con frecuencia las incrustaciones de los intercambiadores de calor.

La suspensión 31 que sale del reactor de mezcla 30 está compuesta de cristales de $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ en una solución saturada de $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$. La suspensión 31 que sale del reactor de mezcla 30 se alimenta al eliminador de precipitados 40 mencionado anteriormente. El eliminador de precipitados 40 está configurado para separar los cristales 41 de la solución de separación cargada 31 que sale del reactor de mezcla 30. La separación se puede realizar mediante cualquier técnica de separación sólido-líquido, como filtración, sedimentación, centrifugación, etc.

En otras palabras, las disposiciones de tratamiento final 90 comprenden una disposición de suministro de fosfato diamónico 35 y un reactor de mezcla 30. El reactor de mezcla 30 está conectado a la segunda salida de separación 23 de la sección de separación 20 y la disposición de suministro de fosfato diamónico 35. El reactor de mezcla 30 está configurado para mezclar una solución de fosfato diamónico en la solución de separación de salida 6 desde la sección de separación 20. En esta realización, la disposición de enfriamiento 50 está configurada para mantener una temperatura de la solución 31 que deja el reactor de mezcla 30 por debajo de una temperatura de saturación para fosfato monoamónico. De este modo, los cristales de fosfato monoamónico precipitan de una solución saturada de fosfato monoamónico. Por lo tanto, el eliminador de precipitados 40 está configurado en esta realización para separar cristales de fosfato monoamónico. La disposición de suministro de fosfato diamónico 35 comprende en esta realización la disposición de adición 70. La disposición de adición 70 comprende en esta realización una entrada conectada a la salida de dicho eliminador de precipitados 40 para suministrar la corriente parcial 71 de la solución de separación 9 que sale del eliminador de precipitados 40. La disposición de adición está configurada para agregar el amoniaco de la fuente de amoniaco 60 a la corriente parcial 71 de la solución de separación que sale del eliminador de precipitados 40, formando así una solución que comprende fosfato diamónico. La disposición de adición está configurada adicionalmente para devolver la solución que comprende fosfato diamónico al reactor de mezcla de fosfato diamónico 30. La disposición de enfriamiento está configurada para mantener una temperatura de la solución de separación cargada por debajo de una temperatura de saturación para fosfato monoamónico, por lo que precipitan cristales de fosfato monoamónico.

Los cristales separados se pueden secar en un secador 42 y/o granular según procedimientos conocidos que forman un producto final de fosfato monoamónico. Dado que la solución que se adhiere es una solución saturada de fosfato monoamónico, el contenido de agua en los cristales separados es bajo. Los cristales separados también se pueden mezclar con otros ingredientes como nitrógeno y potasio formando diferentes productos fertilizantes.

Se encontró que el solvente residual en los cristales precipitados, según la presente realización, es muy bajo ya que solo corresponde al solvente disuelto en la solución que se adhiere a los cristales separados. La solubilidad en agua de los solventes inmiscibles en agua, como el tributilfosfato, es baja, lo que da como resultado niveles de solvente por debajo de 20 ppm en los cristales precipitados después de la separación.

Además, según una realización adicional, es posible eliminar restos de solvente disuelto de la solución acuosa antes de la precipitación de fosfatos amónicos. Esto se puede hacer agregando un oxidante como el peróxido de hidrógeno, etc., para oxidar las trazas de solvente a dióxido de carbono y ácido fosfórico. De esta manera, es posible incluso eliminar la presencia de solvente residual en el producto. Además, también si otros contaminantes como el flúor, etc., se extraen conjuntamente con ácido fosfórico, se pueden eliminar de la solución de separación mediante precipitación, extracción, etc. antes de la precipitación de fosfatos amónicos.

Volviendo a la realización de la figura 2, la solución acuosa de fosfato amónico 9 que sale del eliminador de precipitados 40 se divide en dos partes. Una corriente parcial de la solución acuosa de fosfato monoamónico 4 se recicla de nuevo a la segunda entrada de separación 24 de la sección de separación 20. La disposición comprende de este modo un sistema de recirculación 80 conectado entre una salida del eliminador de precipitados 40 y dicha segunda entrada de separación 24 de dicha sección de separación 20, donde el sistema de recirculación 80 está configurado para reutilizar la solución de separación 4 del eliminador de precipitados 40 como solución de separación de entrada. Una segunda corriente parcial 71 de la solución acuosa de fosfato amónico se trata con amoniaco como se mencionó anteriormente mediante la adición de amoniaco gaseoso o líquido.

La cantidad de amoniaco que se introduce en el sistema se utiliza por completo para la creación de cristales de fosfato amónico. Las pérdidas de amoniaco durante estos procedimientos son muy pequeñas. Para lograr un equilibrio en el procedimiento, la disposición de adición 70 está configurada preferentemente para agregar una cantidad de sustancia de amoniaco a la disposición de adición 70 que depende de una cantidad de sustancia de fosfato eliminado en la solución de separación 6 que sale de dicha segunda salida de separación 23 de la sección de separación 20. La cantidad añadida

de sustancia de amoníaco también depende de las cantidades relativas de fosfato monoamónico y/o fosfato diamónico que se producen, véanse las realizaciones que se describen más adelante.

El siguiente es un ejemplo de producción de fosfato amónico según la realización de la figura 2. Los flujos corresponden a la producción de fosfato monoamónico a partir de cenizas de lodos cloacales en una capacidad de 20.000 toneladas de cenizas por año.

Un flujo de 12,3 metros cúbicos por hora de un solvente 5 no miscible con agua compuesto de 80 por ciento en volumen de tributilfosfato y 20 por ciento en volumen de queroseno y un flujo de 5,3 metros cúbicos por hora de una solución de lixiviación de cenizas tratada 1 que contiene 155 kg de H_3PO_4 por metro cúbico se alimentan a una sección de extracción líquido-líquido 10 que tiene seis etapas de contacto. Los flujos de salida de la sección de extracción son 12,3 metros cúbicos por hora de un solvente 3 no miscible en agua que contiene 65 kg de H_3PO_4 por metro cúbico y 5,3 metros cúbicos por hora de un refinado agotado en fosfato 2. El flujo de 12,3 metros cúbicos por hora del solvente inmisible con agua cargado 3 y un flujo de 4,1 metros cúbicos por hora de solución reciclada 4 que contiene 402 kg de $NH_4H_2PO_4$ disuelto por metro cúbico se alimentan a un segundo extractor líquido-líquido, la sección de separación 20, que tiene cinco etapas de contacto. Los flujos de salida de la sección de separación 20 son 12,3 metros cúbicos por hora de un solvente inmisible con agua sin fosfato 5 y 4,1 metros cúbicos por hora de una solución acuosa 6 que contiene 191 kg de H_3PO_4 y 402 kg de $NH_4H_2PO_4$ por metro cúbico todo en forma disuelta.

El flujo de 4,1 metros cúbicos por hora de solución de separación 6 y un flujo de 2,3 metros cúbicos por hora de una solución de fosfato amónico 51 que contiene 462 kg $(NH_4)_2HPO_4$ por metro cúbico se alimentan al reactor de mezcla 30. El flujo de salida del reactor de mezcla 30 es 6,4 metros cúbicos por hora de suspensión compuesta de 14,4% de $NH_4H_2PO_4$ sólido en una solución que contiene 402 kg de $NH_4H_2PO_4$ disuelto por metro cúbico. La suspensión se alimenta a un separador sólido-líquido como un eliminador de precipitados 40, que separa 920 kg de cristales sólidos de $NH_4H_2PO_4$ 41 por hora para su posterior procesamiento. Se agrega agua a los líquidos separados para compensar el agua que se adhiere a los cristales separados.

Un flujo de 6,4 metros cúbicos por hora de líquidos separados 9 que contienen 402 kg de $NH_4H_2PO_4$ disuelto por metro cúbico se divide en dos flujos. Un flujo 4 de 4,1 metros cúbicos por hora que contiene 402 kg de $NH_4H_2PO_4$ disuelto por metro cúbico se recicla y se utiliza para separar un solvente inmisible con agua cargado con ácido fosfórico 3. Un segundo flujo de 2,3 metros cúbicos por hora que contiene 402 kg de $NH_4H_2PO_4$ disuelto por metro cúbico se trata con amoníaco mezclando 114 kg por hora de amoníaco anhidro. Después de eliminar el calor de neutralización por intercambio de calor, el flujo de 2,3 metros cúbicos por hora 51 que ahora contiene 462 kg de $(NH_4)_2HPO_4$ disuelto por metro cúbico se alimenta al reactor de mezcla 30 como se describe anteriormente.

Según el ejemplo anterior, aunque la carga del solvente 3 es de solo 65 kg de ácido fosfórico por metro cúbico, se obtiene un rendimiento de 402 kg de fosfato amónico sólido por metro cúbico de solución de separación 6 a temperatura ambiente sin enfriar el reactor de mezcla con un intercambiador de calor

Los objetivos con la presente realización eran muchos. Un objetivo era evitar problemas operativos tales como emulsiones y formación de crudo. En particular, el objetivo era formar un solvente regenerado sin contaminación con microcristales. Un objetivo adicional es proporcionar fosfatos amónicos puro con muy baja contaminación de solvente adherible no miscible con agua. Otro objetivo de la presente invención es proporcionar un alto rendimiento de fosfatos amónicos por precipitación espontánea sin necesidad de enfriamiento durante la precipitación. Todavía otro objetivo de la presente invención es permitir una separación de fases mejorada durante la separación del ácido fosfórico del solvente. Otro objetivo de la presente invención es permitir el reciclaje del solvente sin necesidad de tratamiento adicional mediante extracción o destilación líquido-líquido. Todavía otro objetivo de la presente invención es proporcionar un procedimiento rentable para la producción de fosfatos amónicos sin la necesidad de eliminar el amoníaco de los vapores de efluentes. Todos estos objetivos se lograron mediante la realización de la figura 2.

En una comparación con el procedimiento según la patente rusa 424849, la presente realización tiene ventajas adicionales. La precipitación de fosfato monoamónico según la patente rusa 424849 se basa en la formación de una mezcla de tres fases: solvente, cristales y solución acuosa. La formación de precipitados durante el procedimiento de separación requiere el uso de equipos especiales que pueden manejar tres fases. Por lo tanto, no se pueden utilizar equipos de extracción líquido-líquido convencionales. Además, la operación con tres fases puede promover la formación de crudo que puede conducir a problemas operativos. Además, en experimentos realizados, se descubrió que la separación del solvente residual de los cristales de fosfato monoamónico mediante la alimentación de una mezcla de las tres fases mencionadas anteriormente a una centrifuga comercial da como resultado niveles demasiado altos de solvente residual en los cristales (> 3000 ppm de tributilfosfato). La separación de las tres fases por gravedad da como resultado un solvente residual algo menor en los cristales, pero se encontró que la pureza de los cristales depende de la relación de volumen orgánico a acuoso en la mezcla de tres fases. Con la relación de volumen orgánico a acuoso requerida según la patente rusa 424849

para obtener la separación/precipitación estequiométrica de fosfato monoamónico, el nivel de solvente residual en los cristales todavía es demasiado alto incluso cuando se usa separación por gravedad (>1000 ppm de tributilfosfato).

Si el fosfato diamónico es el producto final deseado, el fosfato monoamónico precipitado puede convertirse en fosfato diamónico alimentando el fosfato monoamónico precipitado y el amoníaco a un reactor que contiene una solución de fosfato diamónico según el procedimiento descrito en GB 636.035.

Además, en la figura 3 se ilustra una realización de una disposición para la producción directa de fosfato diamónico. La sección de extracción 10 y la sección de separación 20 son las mismas que se presentan en la figura 2, sin embargo, las disposiciones de tratamiento final 90 están algo modificadas. La disposición de suministro de fosfato diamónico 35 proporciona como solución previa que comprende fosfato diamónico al reactor de mezcla 30 para la precipitación de fosfato monoamónico. Sin embargo, los detalles de la disposición de suministro de fosfato diamónico 35 son ahora algo diferentes, lo que se discutirá más adelante. El fosfato monoamónico precipitado 41, posiblemente junto con alguna solución restante de fosfato monoamónico, se proporciona como una suspensión a un reactor de conversión DAP 32. El amoníaco de la fuente de amoníaco 60 se alimenta al reactor de conversión DAP 32. En otras palabras, una porción de producción de fosfato diamónico está configurada para agregar amoníaco a una corriente que se origina en la solución de separación cargada, por ejemplo, a través del eliminador de precipitado 40 como en esta realización, o directamente desde la sección de separación 20, como se discutió en una realización posterior. La adición de amoníaco da como resultado la precipitación de fosfato diamónico y proporciona una suspensión de cristales de fosfato diamónico 33 en una solución de fosfato diamónico. La suspensión 33 se enfría mediante la disposición de enfriamiento 50 por intercambio de calor a una temperatura preferentemente inferior a 90 °C. Los cristales de fosfato diamónico 44 se separan del líquido madre 45 en un eliminador de precipitados DAP 43. Una primera parte 46 de la solución separada de fosfato diamónico se recicla al reactor de conversión DAP 32. Una segunda parte 51 de la solución de fosfato diamónico separada 45 se recicla al reactor de mezcla 30 para formar fosfato monoamónico intermedio precipitado. De esta manera, la adición de amoníaco y el intercambio de calor durante la conversión de fosfato monoamónico en fosfato diamónico se utilizan para la producción del fosfato monoamónico intermedio.

Las realizaciones de la figura 2 y la figura 3 también se pueden combinar de tal manera que solo una parte de los cristales de MAP separados en el eliminador de precipitados 40 se introduce en el reactor de conversión DAP 32. La parte restante permanece como MAP. De esta manera, es posible producir fosfato monoamónico bien definido y fosfato diamónico bien definido en la misma planta.

Otra forma de realización para la producción simultánea de fosfato monoamónico bien definido y fosfato diamónico bien definido se ilustra en la figura 4. Aquí, una corriente parcial 81 de la solución de separación 6 cargada con fosfato monoamónico y ácido fosfórico se introduce en un reactor de mezcla DAP 32. Se agrega una solución o suspensión de fosfato triamónico 83. Con relaciones de mezcla apropiadas y con una temperatura apropiada, se formará una suspensión de fosfato diamónico 33. La disposición de enfriamiento está configurada preferentemente para mantener una temperatura de la solución de separación cargada por debajo de una temperatura de saturación para fosfato diamónico, por lo que precipitan cristales de fosfato diamónico. La suspensión 33 comprende cristales precipitados de fosfato diamónico, así como una solución saturada de fosfato diamónico. Los cristales de fosfato diamónico 44 se eliminan en el eliminador de precipitación DAP 43, dejando una solución saturada de fosfato diamónico 45. La solución saturada de fosfato diamónico 45 se conduce a una segunda disposición de adición 70, en la que se agrega amonio de una segunda fuente de amonio 60 (o de la fuente de amonio utilizada para la producción de fosfato monoamónico). Se forma una suspensión de fosfato triamónico 82, que se enfría en un intercambiador de calor 52, para proporcionar la suspensión de fosfato triamónico 83 para usar en el reactor de mezcla DAP 32.

Un inconveniente de esta realización es que la parte de producción de fosfato diamónico recogerá sucesivamente volúmenes de soluciones de fosfato diamónico que no se recirculan nuevamente a la sección de separación. Al mismo tiempo, la parte de producción de fosfato monoamónico perderá los volúmenes correspondientes, que deben ser reemplazados. Otra realización, que al menos resuelve parcialmente ese problema, se ilustra en la figura 5. Aquí, se omite la disposición de suministro de fosfato diamónico 35 conectada a la corriente de fosfato monoamónico. En cambio, la disposición de suministro de fosfato diamónico 35 de la producción de fosfato diamónico se usa para el suministro de fosfato diamónico 51 al reactor de mezcla 30. Para este fin, una corriente parcial 84 de la solución de fosfato amónico 45, en esta realización, una solución de fosfato diamónico, que deja un eliminador de precipitación, en esta realización, el eliminador de precipitación 43 DAP, se recircula para usarse en la producción de fosfato monoamónico.

En otras palabras, la porción de producción de fosfato diamónico está configurada para agregar amoníaco a una corriente que comprende fosfato monoamónico. Esto hace que los cristales de fosfato diamónico precipiten de una solución saturada de fosfato diamónico. La disposición de suministro de fosfato diamónico comprende una reconexión de fosfato diamónico, que conecta una corriente parcial de la solución saturada de fosfato diamónico desde la porción de producción de fosfato diamónico como el fosfato diamónico suministrado a la producción de fosfato monoamónico.

En una realización adicional, las realizaciones de las figuras 4 y 5 se pueden combinar, de modo que el reactor de mezcla 30 puede tener un suministro de solución de fosfato diamónico desde cualquiera de las disposiciones de suministro de fosfato diamónico 35. La cantidad de solución de fosfato diamónico de las diferentes partes se puede a continuación controlar para adaptarse a la proporción solicitada de cristales de fosfato monoamónico y cristales de fosfato diamónico producidos.

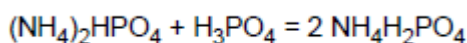
A continuación se describe una realización adicional de una disposición para la producción de fosfato diamónico según la presente invención con referencia a la figura 6. La mayoría de las partes son similares a las de la figura 2 y las diferencias consisten principalmente en el tipo de soluciones utilizadas en las diferentes partes de la disposición. La solución de alimentación que contiene ácido fosfórico 1 se alimenta a una sección de extracción líquido-líquido 10. El solvente inmiscible con agua 5A es en esta realización un alcohol de cadena larga, preferentemente n-heptanol, para no formar una emulsión severa durante la reutilización del solvente para la extracción de ácido fosfórico como se describió anteriormente. La temperatura del solvente inmiscible con agua 5A es preferentemente inferior a 60 °C ya que temperaturas más bajas favorecen la extracción de ácido fosfórico.

La sección de extracción líquido-líquido 10 está configurada preferentemente para ejecutar un procedimiento continuo de extracción líquido-líquido usando preferentemente equipo de extracción líquido-líquido tal como columnas pulsadas. Sin embargo, se puede utilizar cualquier otro equipo de extracción líquido-líquido, como columnas agitadas, columnas no agitadas, sedimentadores de mezcla, mezcladores en línea, contactores centrífugos, etc. El refinado 2, que está agotado en fosfato, se lleva a un tratamiento adicional como reutilización para la disolución, etc. El solvente inmiscible con agua 3A que se carga con ácido fosfórico se lava opcionalmente con una solución acuosa para eliminar las impurezas coextraídas.

La fase líquida inmiscible con agua cargada con fósforo 3A se mezcla luego con una solución de fosfato diamónico reciclado como solución de separación 4A en la sección de separación 20. Como antes, la sección de separación 20 está configurada preferentemente para un procedimiento continuo de extracción líquido-líquido usando preferentemente un equipo de extracción líquido-líquido tal como un mezclador. Sin embargo, se puede usar cualquier otro equipo de extracción líquido-líquido, como columnas pulsadas, columnas agitadas, columnas no agitadas, mezcladores en línea, contactores centrífugos, etc.

A diferencia de la separación con una solución de fosfato monoamónico, que se encontró que se basa en el equilibrio de extracción, la separación con una solución de fosfato diamónico se basa en la conversión del ácido fosfórico en una sal disuelta.

Se cree que la reacción es la siguiente:



Dado que la separación con una solución de fosfato diamónico no se basa en el equilibrio de extracción, se puede obtener una separación completa en una sola etapa de contacto. Por lo tanto, cuando se utiliza una solución de fosfato diamónico para la separación, el equipo de extracción líquido-líquido preferido es un conjunto de mezclador de sedimentación único.

La separación del ácido fosfórico del solvente inmiscible con agua cargado según la presente realización se realiza con solución de fosfato diamónico reciclado 4A preferentemente de tal manera que no se exceda la solubilidad del fosfato monoamónico o fosfato diamónico. Esto permite operar con solo dos fases durante la separación en un sedimentador de mezcla.

según la presente realización, la separación del ácido fosfórico del solvente inmiscible con agua cargado 3A se realiza con una solución de fosfato diamónico 4A por la cual no se produce precipitación de fosfato monoamónico o fosfato diamónico. Se descubrió que controlando la relación de fase del solvente 3A a la solución de fosfato diamónico 4A durante la separación a un cierto nivel, puede omitirse completamente la precipitación de fosfato monoamónico. La relación de fase del solvente 3A a la solución de fosfato diamónico 4A en la que no se produce la precipitación del fosfato monoamónico depende de la carga de ácido fosfórico en el solvente inmiscible con agua 3A y la concentración de la solución de fosfato diamónico 4A. Esto significa que la relación de fase tiene que adaptarse preferentemente para cada condición operativa.

La solución de fosfato amónico, es decir, la solución de separación de entrada 4A, está en una configuración de prueba de esta realización compuesta de solución de fosfato diamónico reciclado que tiene una concentración de aproximadamente 40 por ciento en peso y un pH de aproximadamente 8.

- Similar a la separación con una solución de fosfato monoamónico, la separación con una solución de fosfato diamónico se puede utilizar para aumentar la concentración de fosfato en la solución de separación 6 en comparación con la concentración original en el solvente inmiscible con agua 3A. Esto se hace teniendo una relación de fase orgánica a acuosa mayor que 1 durante el procedimiento de separación. En general, una mayor concentración de fosfato diamónico 4A permitirá una mayor relación de fase orgánica a acuosa durante la separación. Se puede obtener una mayor concentración de fosfato diamónico operando a una temperatura más alta. La relación de fase orgánica a acuosa no debe aumentarse a niveles en los que se produce precipitación de fosfato monoamónico durante el procedimiento de separación.
- 10 La relación de fase se calcula para condiciones operativas específicas y temperatura según la solubilidad de las especies iónicas involucradas. Para una carga de ácido fosfórico en el solvente inmiscible con agua 3A de 1 molar y una concentración de fosfato diamónico 4A de 4 molar, una relación de fase orgánica a acuosa de 2:1 es suficiente para no formar precipitados.
- 15 Volviendo a la figura 6, la solución de separación 6 está compuesta de una mezcla de $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ y $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$. La relación de $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ a $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ en la solución de separación obtenida 6 es, por lo tanto, importante ya que una cantidad suficiente de $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ se requiere para no formar precipitados de fosfato monoamónico durante el procedimiento de separación en la sección de separación 20. La solución de separación 6 se mezcla con una suspensión de fosfato amónico que comprende $(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4$ 51A. El pH en el reactor de mezcla 30 se mantiene típicamente a aproximadamente pH = 8. La suspensión 31A que sale del reactor de mezcla 30 está compuesta de cristales de $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ en una solución saturada de $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$. La suspensión 31A que sale del reactor de mezcla 30 se alimenta al eliminador de precipitados 40. En esta realización, el eliminador de precipitado 40 está configurado para separar los cristales de fosfato diamónico precipitados 44 de la solución de fosfato diamónico 9A. La separación se puede realizar mediante cualquier técnica de separación sólido-líquido, como filtración, sedimentación, centrifugación, etc.
- 25 Los cristales separados se pueden secar y/o granular según procedimientos conocidos que forman un producto final de fosfato diamónico. Los cristales separados también se pueden mezclar con otros ingredientes como nitrógeno y potasio formando diferentes productos fertilizantes.
- 30 La solución acuosa de fosfato diamónico 9A que sale del eliminador de precipitados 40 se divide en dos partes 4A y 72A. Una parte de la solución acuosa de fosfato diamónico 4A se recicla nuevamente a la sección de separación 20. Una segunda parte 72A de la solución acuosa de fosfato diamónico se trata con amoníaco mediante la adición de amoníaco gaseoso o líquido. La adición de amoníaco a la solución acuosa de fosfato diamónico 72A da como resultado la generación de calor y la formación de una suspensión 73A. El calor de neutralización es eliminado por el intercambiador de calor 52.
- 35 La suspensión de amoníaco 73A está compuesta de una mezcla de $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ y $(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4$. La adición de amoníaco debe ser proporcional a la carga de fosfato en el solvente inmiscible con agua 3A. La suspensión 51A enfriada se proporciona al reactor de mezcla 30 como se describe más arriba.
- En otra realización, la solución de separación de entrada es una mezcla de $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ y $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$. La solución de separación de entrada tiene una relación de N/P y una concentración de iones fosfato que prohíbe que precipiten cristales de fosfato monoamónico o fosfato diamónico cuando se ponen en contacto con el solvente cargado con fosfato en la sección de separación. Si la mezcla de la solución de separación de entrada tiene más del 20% de $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$, el solvente tiene que ser un alcohol inmiscible con agua para evitar la formación de emulsión, como se describe más arriba. Si la mezcla de la solución de separación de entrada contiene menos del 20% de $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$, se puede usar cualquier solvente no miscible con agua.
- 45 Si la solución de separación de entrada tiene una relación de N/P y una concentración de iones fosfato que hace que precipiten cristales de fosfato monoamónico cuando se pone en contacto con el solvente cargado con fosfato en la sección de separación, la sección de separación debe diseñarse como sección de separación de tres fases. El eliminador de precipitado se configura a continuación para separar los cristales de fosfato monoamónico de la solución de separación cargada que sale de la sección de separación. Esta es típicamente la situación cuando solo se usa $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ en la solución de separación de entrada. En tal caso, un alcohol no miscible con agua debe usarse como solvente.
- 50 Cuando la solución de separación de entrada es una mezcla de $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ y $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$, la disposición comprende preferentemente un conjunto de control de mezcla, configurado para controlar la composición de la solución de separación de entrada 4.
- Otra realización que permite la producción de fosfato monoamónico se ilustra en la figura 7. En esta realización, la solución de separación 4A está compuesta de $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ y el solvente inmiscible con agua 3A está compuesto de un alcohol de cambio prolongado tal como n-heptanol para no formar emulsiones durante la reutilización del solvente para la extracción de ácido fosfórico como se discutió anteriormente.
- 60

El solvente inmiscible con agua 3A cargado se elimina con la solución de separación 4A y da como resultado la formación de tres fases; solvente separado 5A, solución de separación cargada y cristales de $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ precipitado. El solvente separado 5A se separa y se reutiliza para la extracción de ácido fosfórico. La fase acuosa que sale de la sección de separación, es decir, la solución de separación 6B ahora está compuesta por los cristales de $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ en solución saturada de $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$. Un pequeño problema con esta realización es que los cristales de $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ así formados contienen niveles demasiado altos de solvente residual. Para eliminar dicho solvente residual, la solución de separación 6B se mezcla con la solución de fosfato monoamónico reciclado 26 en un volumen de lavado 25. Este lavado permite la separación del solvente residual en una relación de fase acuosa a orgánica más alta y el solvente residual 15 puede reciclarse en la sección de extracción 10. La suspensión de cristales de $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ en la solución saturada de $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ 27 después de la separación del solvente residual 15 se alimenta al eliminador de precipitados 40. En el eliminador de precipitados, 40 cristales de fosfato monoamónico 41 se separan del líquido madre.

Una primera parte 28 de la solución de fosfato monoamónico separada 9 se proporciona a la disposición de adición 70 para ser tratada con amonio mediante la adición de amoniaco de la fuente de amoniaco 60. Se forma una solución compuesta de $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ 4A. Además, esta reacción de neutralización genera calor, que es enfriado por el intercambiador de calor 52 de la disposición de enfriamiento 50. Después de enfriar en el intercambiador de calor 52, la solución de fosfato amónico 4A se reutiliza para la separación.

Una segunda parte 26 de la solución de fosfato monoamónico 9 separada se reutiliza para la separación del solvente residual, como se describió aquí anteriormente.

La sección de separación de tres fases también es aplicable en sistemas donde se usa una mezcla de $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ y $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ como solución de separación de entrada, y donde la proporción de N/P y la concentración de iones fosfato hacen que precipiten cristales de fosfato monoamónico cuando se ponen en contacto con el solvente cargado con fosfato en la sección de separación. Si la cantidad molar de $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ es igual o mayor que 4 veces la cantidad molar de $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$, se puede usar cualquier solvente no miscible con agua, por ejemplo, tributilfosfato en un diluyente adecuado. De lo contrario, se debe usar un alcohol inmiscible con agua como solvente. En otras palabras, el solvente inmiscible con agua 3A cargado se separa con una solución de separación 4A compuesta de una mezcla de $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ y $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ en el que la concentración molar de $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ es $\geq 80\%$ en relación con el fosfato molar total si se utiliza un no alcohol como solvente. El procedimiento de separación da como resultado la formación de tres fases.

A continuación se pueden hacer cambios menores a la disposición. Estos se indican con líneas punteadas en la figura 7. Para este fin, una tercera parte 29 de la solución de fosfato monoamónico 9 separada puede acortar la disposición de adición, lo que significa que después de enfriar en el intercambiador de calor 52, la solución de fosfato diamónico se mezcla con la tercera parte 29 de la solución separada de fosfato monoamónico, formando una solución 4A compuesta de una mezcla de $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ y $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$. Preferentemente, la disposición de adición comprende un control de adición configurado para agregar una corriente de la solución de separación directamente desde la salida del eliminador de precipitados 40 con una corriente de la solución que comprende fosfato diamónico desde el intercambiador de calor 52 para obtener la relación N/P requerida a la sección de separación 20.

Como se mencionó anteriormente, en caso de que la concentración molar de $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ es $\geq 80\%$ en relación con el fosfato molar total que se reutiliza para la separación, el solvente puede ser un solvente sin alcohol. En tal caso, los problemas con el solvente residual en los cristales de fosfato monoamónico se reducen significativamente y, por lo tanto, se puede omitir la provisión del lavado de los cristales.

El uso de una sección de separación de tres fases 20 también se puede combinar con la producción de uno o ambos de MAP y DAP. Una realización se ilustra en la figura 8. Se toma una suspensión 85 de cristales de fosfato monoamónico en una solución saturada de monoamónio del eliminador de precipitados 40 y se introduce en un reactor de mezcla DAP 32. Se agrega amoniaco y se enfría el calor de neutralización, en analogía con la realización de la figura. Sin embargo, en la realización de la figura 8, la solución de fosfato diamónico 45 del eliminador de precipitado DAP 43 se devuelve aquí para usarse como solución de separación. Si la cantidad de cristales de fosfato diamónico es demasiado baja para mantener la solución de separación de entrada, se puede tomar una corriente de fosfato monoamónico 86 del eliminador de precipitados 40, y se puede agregar amoniaco para convertir la solución en una solución de fosfato diamónico. Opcionalmente, se podría conectar una disposición de enfriamiento también a dicha corriente.

Si la solución de separación está compuesta de una mezcla de $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ y $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$, una parte 87 de la solución de fosfato monoamónico del eliminador de precipitados 40 puede mezclarse en la solución de separación de entrada sin pasar la disposición de adición 70. También aquí, se puede proporcionar y configurar un control de adición para agregar una corriente de la solución de separación directamente desde la salida del eliminador de precipitados 40 con una corriente de la solución que comprende fosfato diamónico para obtener la relación N/P requerida en la sección de separación 20.

Si el solvente no es alcohol, también se puede omitir la disposición para lavar los cristales.

Las realizaciones descritas anteriormente han de entenderse como unos pocos ejemplos ilustrativos de la presente
5 invención. Resultará evidente para los expertos en la materia que se pueden realizar diversas modificaciones, combinaciones y cambios en las modalidades sin alejarse del alcance de la presente invención. Por ejemplo, la producción paralela de fosfato monoamónico y fosfato diamónico según los principios descritos anteriormente, la producción de fosfato diamónico por reacción de la suspensión de fosfato triamónico con una solución de separación compuesta de fosfato amónico y ácido fosfórico, y la producción de fosfato diamónico en combinación con la separación con una solución
10 de fosfato diamónico en el que el intermedio es fosfato monoamónico. El alcance de la presente invención se define, sin embargo, por las reivindicaciones adjuntas.

REIVINDICACIONES

1. Una disposición (100) para la producción de fosfatos amónicos puros, que comprende:
- 5 una sección de extracción (10), configurada para realizar una extracción líquido-líquido de fosfato entre un líquido de alimentación (1), que comprende ácido fosfórico y un solvente (5);
dicho solvente (5) tiene una solubilidad en agua de menos del 2%, y preferentemente menos del 1%;
dicho líquido de alimentación (1) está esencialmente libre de iones nitrato;
dicha sección de extracción (10) tiene una primera entrada de extracción (11) para la provisión de dicho líquido de
10 alimentación (10), una segunda entrada de extracción (13) para la provisión de dicho solvente (5), una primera salida de extracción (12) para la entrega de dicho líquido de alimentación (2) agotado al menos parcialmente en fosfato y una segunda salida de extracción (14) para suministrar dicho solvente (3) cargado con fosfato;
una sección de separación (20) configurada para realizar una extracción líquido-líquido de fosfato entre dicho solvente (3) cargado con fosfato y una solución de separación de entrada (4);
15 dicha sección de separación (20) tiene una primera entrada de separación (21), conectada a dicha segunda salida de extracción (14), para la provisión de dicho solvente (3) cargado con fosfato, una segunda entrada de separación (24) para la provisión de dicha solución de separación de entrada (4), una primera salida de separación (22) para suministrar dicho solvente agotado al menos parcialmente en fosfato y una segunda salida de separación (23) para suministrar solución de separación de salida (6);
20 dicha primera salida de separación (22) está conectada a dicha segunda entrada de extracción (13) para recircular dicho solvente (3) agotado al menos parcialmente en fosfato para una extracción adicional de fosfato;
una fuente de amoniaco (60) comprendida en disposiciones de tratamiento final (90) conectadas a dicha segunda salida de separación (23);
una disposición de adición (70) conectada a dicha fuente de amoniaco (60);
25 una disposición de enfriamiento (50) configurada para enfriar el calor generado cuando dicho amoniaco de dicha fuente de amoniaco (60) se agrega a una corriente de solución de separación al menos parcial;
un eliminador de precipitado (40) configurado para separar cristales de dicha solución de separación de salida;
dicha disposición de adición (70) está configurada para agregar amoniaco desde dicha fuente de amoniaco a dicha corriente al menos parcial de solución de separación antes o después de dicho eliminador de precipitados (40); y
30 un sistema de recirculación (80) conectado entre una salida de dicho eliminador de precipitados (40) y dicha segunda entrada de separación (24) de dicha sección de separación (20), estando configurado dicho sistema de recirculación (80) para reutilizar la solución de separación (9) de dicho eliminador de precipitado (40) como solución de separación de entrada (4);
dicha solución de separación de entrada (4) es una solución acuosa de fosfato amónico;
35 donde al menos uno de:
al menos el 80% de dicho fosfato amónico en dicha solución de separación de entrada (4) es fosfato monoamónico;
y
dicho solvente (3) es un alcohol inmiscible con agua.
- 40 2. La disposición según la reivindicación 1, **caracterizada porque** al menos el 80% de dicho fosfato amónico en dicha solución de separación de entrada (4) es fosfato monoamónico.
3. La disposición según la reivindicación 2, **caracterizado porque** todo dicho fosfato amónico en dicha
45 solución de separación de entrada (4) es fosfato monoamónico, y al comprender además una disposición de suministro de fosfato diamónico (35) y un reactor de mezcla (30), dicho reactor de mezcla (30) está conectado a dicha segunda salida de separación (23) de dicha sección de separación (20) y dicha disposición de suministro de fosfato diamónico (35) y configurada para mezclar una solución de fosfato diamónico (51) en al menos una corriente parcial de dicha solución de separación de salida (6) desde dicha sección de separación (20);
50 dicha disposición de enfriamiento (50) está configurada para mantener una temperatura de dicha solución de separación cargada por debajo de una temperatura de saturación para fosfato monoamónico, por lo que los cristales de fosfato monoamónico se precipitan a partir de una solución saturada de fosfato monoamónico; donde dicho eliminador de precipitado (40) está configurado para separar dichos cristales de fosfato monoamónico.
- 55 4. La disposición según la reivindicación 3, **caracterizado porque** dicha disposición de suministro de fosfato diamónico (35) comprende dicha disposición de adición (70); dicha disposición de adición (70) comprende una entrada conectada a dicho eliminador de precipitados (40) para suministrar una corriente parcial de dicha solución de separación; dicha disposición de adición (70) está configurada para agregar dicho amoniaco desde dicha fuente de amoniaco (60) a dicha corriente parcial de dicha solución de separación que forma una solución (51) que comprende fosfato diamónico;
60 dicha disposición de adición (70) está configurada adicionalmente para devolver dicha solución (51) que comprende fosfato diamónico a dicho reactor de mezcla de fosfato diamónico (30).

5. La disposición según la reivindicación 4, **caracterizada por** una porción de producción de fosfato diamónico configurada para agregar amoniaco a una corriente que se origina a partir de dicha solución de separación cargada (6) que comprende fosfato monoamónico, haciendo que precipiten cristales de fosfato diamónico de una solución saturada de fosfato diamónico.
6. La disposición según la reivindicación 1, **caracterizada porque** dicho solvente es un alcohol inmisible con agua.
7. La disposición según la reivindicación 2 o 6, **caracterizado porque** un conjunto de control de mezcla, configurado para controlar la composición de dicha solución de separación de entrada (4); dicha unidad de control de mezcla está configurada para controlar que dicha solución de separación de entrada (4) tenga una relación de N/P y una concentración de iones fosfato que prohíbe que precipiten cristales de fosfato monoamónico o fosfato diamónico cuando se ponen en contacto con dicho solvente (3) cargado con fosfato en dicha sección de separación (20).
8. La disposición según la reivindicación 2 o 6, **caracterizado porque** un conjunto de control de mezcla, configurado para controlar la composición de dicha solución percolante de entrada (4); dicha unidad de control de mezcla está configurada para controlar que dicha solución de separación de entrada (4) tenga una relación de N/P y una concentración de iones fosfato que provoque la precipitación de cristales de fosfato monoamónico cuando se pone en contacto con dicho solvente cargado con fosfato en dicha sección de separación. ; donde dicha sección de separación es una sección de separación de tres fases; dicho eliminador de precipitados está configurado para separar dichos cristales de fosfato monoamónico de dicha solución de separación cargada que sale de dicha sección de separación.
9. La disposición según la reivindicación 8, **caracterizado porque** dicha disposición de adición (70) está configurada para agregar amoniaco de dicha fuente de amoniaco (60) en una corriente parcial de dicha solución de separación, formando una solución que comprende fosfato diamónico; dicha disposición de adición (70) comprende dicha disposición de enfriamiento (50); y dicha disposición de adición (70) comprende además dicho control de mezcla; dicho control de mezcla está configurado para mezclar una corriente de dicha solución de separación directamente desde dicha salida de dicho eliminador de precipitados con una corriente de dicha solución que comprende fosfato diamónico para obtener dicha relación N/P.
10. La disposición según la reivindicación 6, **caracterizada porque** todo dicho fosfato amónico en dicha solución de separación de entrada es fosfato diamónico; dicha disposición comprende:
- un control de flujo de solución de separación de entrada (4), configurado para proporcionar un flujo de dicha solución de separación de entrada suficiente para quitar dicho fosfato de dicho solvente sin causar ninguna precipitación de cristales;
- una disposición de suministro de fosfato triamónico (35A) configurada para mezclar una suspensión de fosfato triamónico (51A) en una corriente de dicha solución de separación de salida (6) desde dicha sección de separación (20);
- dicha disposición de enfriamiento (50) está configurada para mantener una temperatura de dicha solución de separación cargada por debajo de una temperatura de saturación para fosfato diamónico, por lo que los cristales de fosfato diamónico se precipitan a partir de una solución saturada de fosfato diamónico;
- dicho eliminador de precipitado (40) está configurado para separar dichos cristales de fosfato diamónico.
11. La disposición según la reivindicación 6, **caracterizado por** un control de flujo de solución de separación de entrada, configurado para proporcionar un flujo de dicha solución de separación de entrada (4) lo suficientemente bajo como para causar que el fosfato monoamónico precipite cuando dicha solución de separación de entrada (4) se pone en contacto con dicho solvente (3) cargado con fosfato en dicha sección de separación (20); donde dicha sección de separación (20) es una sección de separación de tres fases; dicho eliminador de precipitados (40) está configurado para separar dichos cristales de fosfato monoamónico de dicha solución de separación cargada (6) que sale de dicha sección de separación (20); y un volumen de lavado (25), conectado a dicha segunda salida (23) de dicha sección de separación (20) y configurado para lavar dichos cristales precipitados de fosfato monoamónico en dicha solución de separación (6) que sale de dicha sección de separación (20) mediante una solución de fosfato monoamónico desde dicha salida desde dicho eliminador de precipitados (40).
12. La disposición según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, **caracterizado porque** dicha disposición de adición (70) está configurada para agregar una cantidad de sustancia de amoniaco a dicha disposición de adición (70) en dependencia de una cantidad de sustancia de fosfato separado en dicha solución de separación (6) que sale de dicha segunda salida de separación (23) de dicha sección de separación (20).

13. Un procedimiento para la producción de fosfatos amónicos puros, que comprende las etapas de:
- extraer (210) fosfato de un líquido de alimentación (1) que comprende ácido fosfórico mediante una extracción líquido-líquido en un solvente (5); dicho solvente (5) tiene una solubilidad en agua de menos del 2%, y preferentemente menos del 1%; dicho líquido de alimentación (1) está esencialmente libre de iones nitrato;
 - separar (212) dicho solvente de al menos una parte de dicho fosfato mediante una extracción líquido-líquido en una solución de separación de entrada (4);
 - separar (214) la solución de separación (6) cargada con fosfato separado y dicho solvente (5) agotado al menos parcialmente en fosfato;
 - recircular (216) dicho solvente (5) al menos parcialmente agotado en fosfato para una extracción adicional de fosfato en dicha etapa de extracción;
 - añadir (220) amoniaco en al menos una corriente parcial que comprende dicha solución de separación;
 - enfriar (222) el calor generado cuando dicho amoniaco se agrega a dicha al menos una corriente parcial de dicha solución de separación;
 - eliminar (224) cristales de dicha solución de separación cargada; dicha al menos una corriente parcial en la que se agrega amoniaco es al menos una corriente parcial de dicha solución de separación antes o después de dicha etapa de eliminar el cristal (224);
 - recircular (226) dicha solución de separación después de dicha etapa de eliminar cristales para usar como solución de separación de entrada (4) en dicha etapa de separación;
- dicha solución de separación de entrada (4) es una solución acuosa de fosfato amónico; donde al menos uno de:
- al menos el 80% de dicho fosfato amónico en dicha solución de separación de entrada (4) es fosfato monoamónico; y
 - dicho solvente (5) es un alcohol inmisible con agua.
14. El procedimiento según la reivindicación 13, **caracterizado porque** al menos el 80% de dicho fosfato amónico en dicha solución de separación de entrada (4) es fosfato monoamónico.
15. El procedimiento según la reivindicación 14, **caracterizado porque** todo dicho fosfato amónico en dicha solución de separación de entrada (4) es fosfato monoamónico, y mediante las siguientes etapas de:
- mezclar una solución de fosfato diamónico (51) en al menos una corriente parcial de dicha solución de separación (6) cargada con fosfato separado;
 - mantener una temperatura de dicha solución de separación cargada por debajo de una temperatura de saturación para fosfato monoamónico;
 - hacer que cristales de fosfato monoamónico precipiten a partir de una solución saturada de fosfato monoamónico;
 - dicha etapa de eliminar (224) cristales comprende separar dichos cristales de fosfato monoamónico.
16. El procedimiento según la reivindicación 15, **caracterizado por** añadir dicho amoniaco a dicha corriente parcial de dicha solución de separación, formando una solución (51) que comprende fosfato diamónico; devolver dicha solución (51) que comprende fosfato diamónico a dicha solución de separación (6) cargada con fosfato separado.
17. El procedimiento según la reivindicación 13, **caracterizado porque** dicho solvente es un alcohol inmisible con agua.
18. El procedimiento según la reivindicación 14 o 17, **caracterizado por** controlar la composición de dicha solución de separación de entrada (4).
19. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 13 a 18, **caracterizado porque** dicho paso de adición se realiza para agregar una cantidad de sustancia de amoniaco en dependencia de una cantidad de sustancia de fosfato separado en dicha solución de separación (6) después de dicha separación.

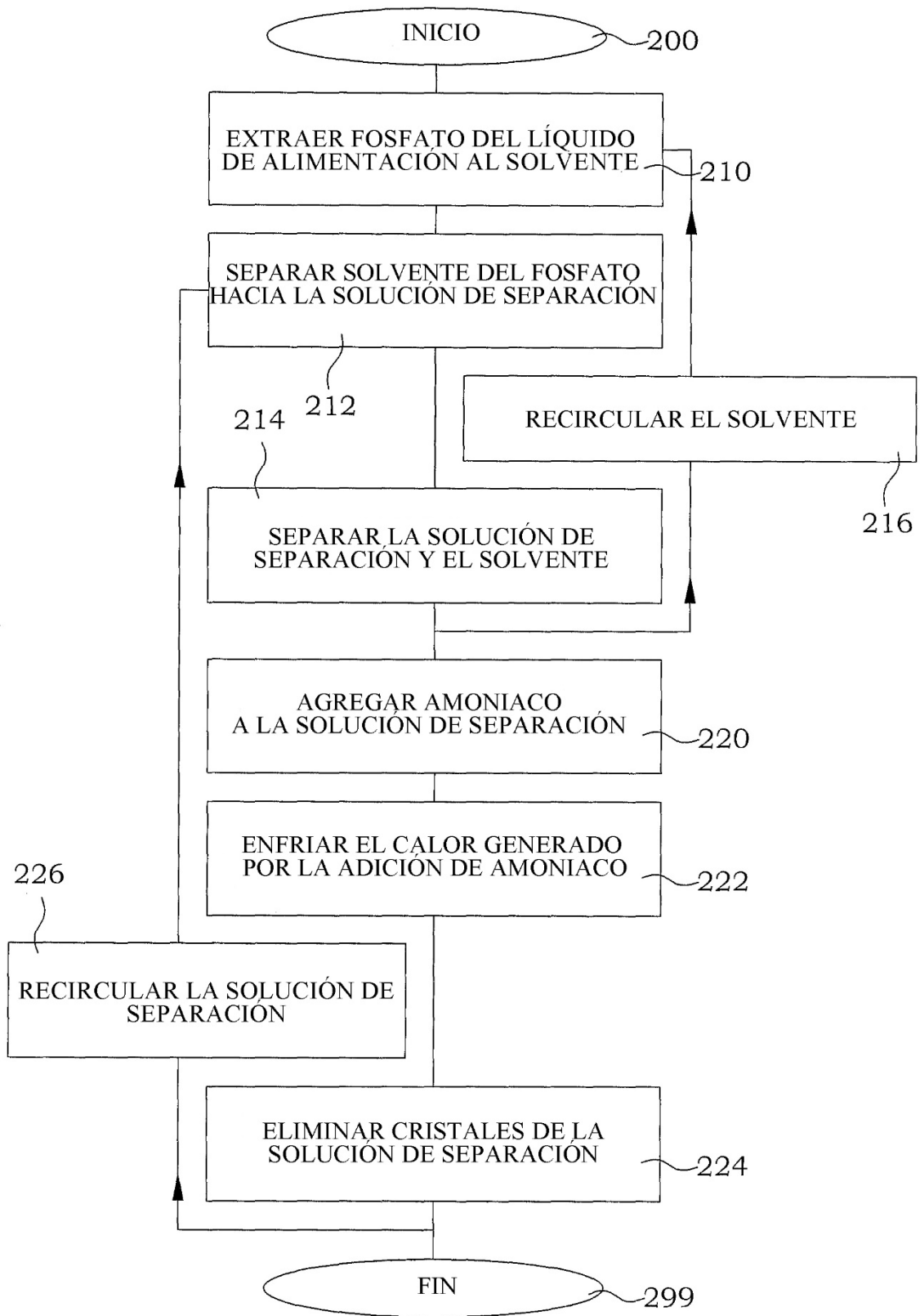


Fig. 1

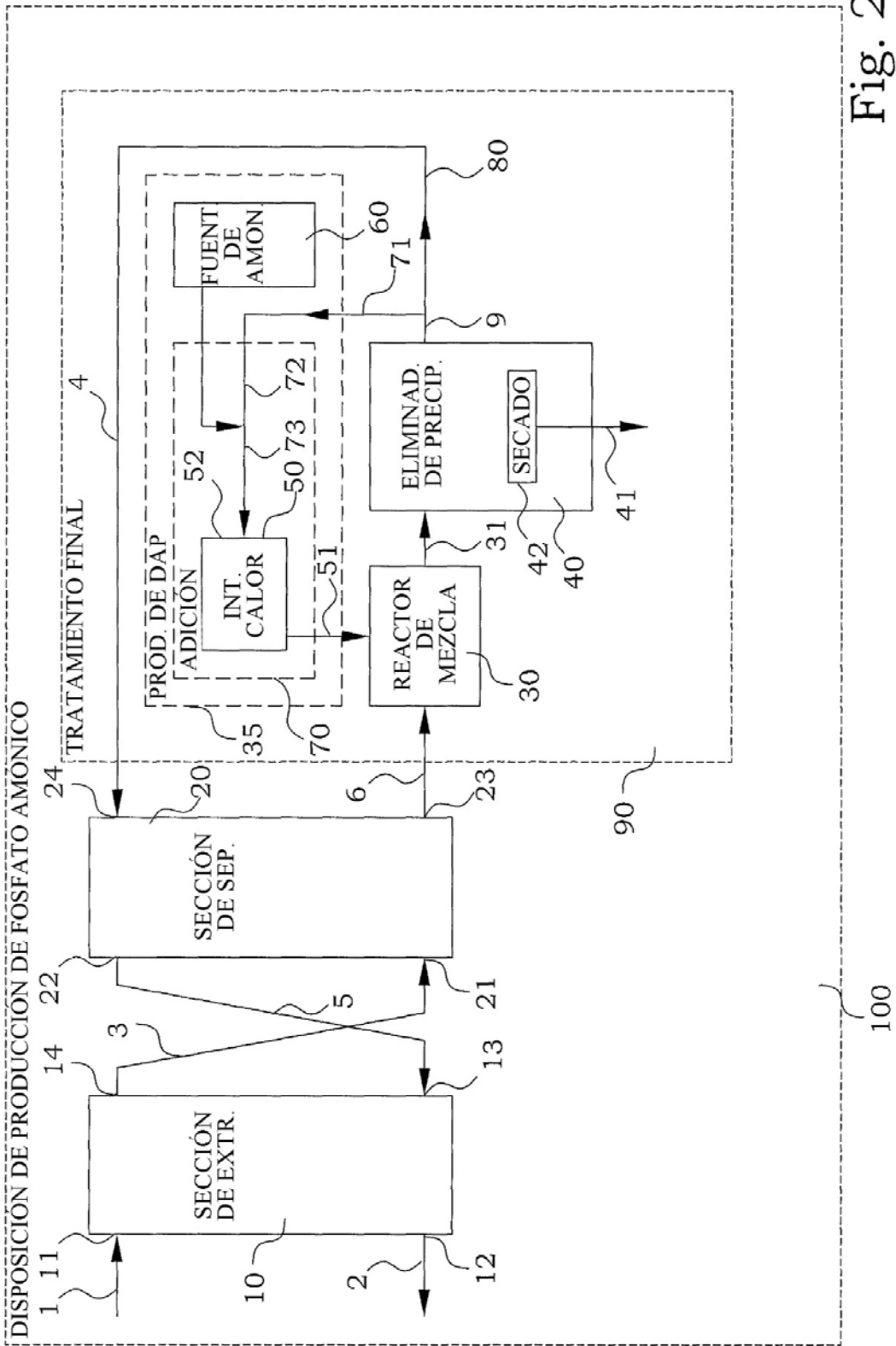


Fig. 2

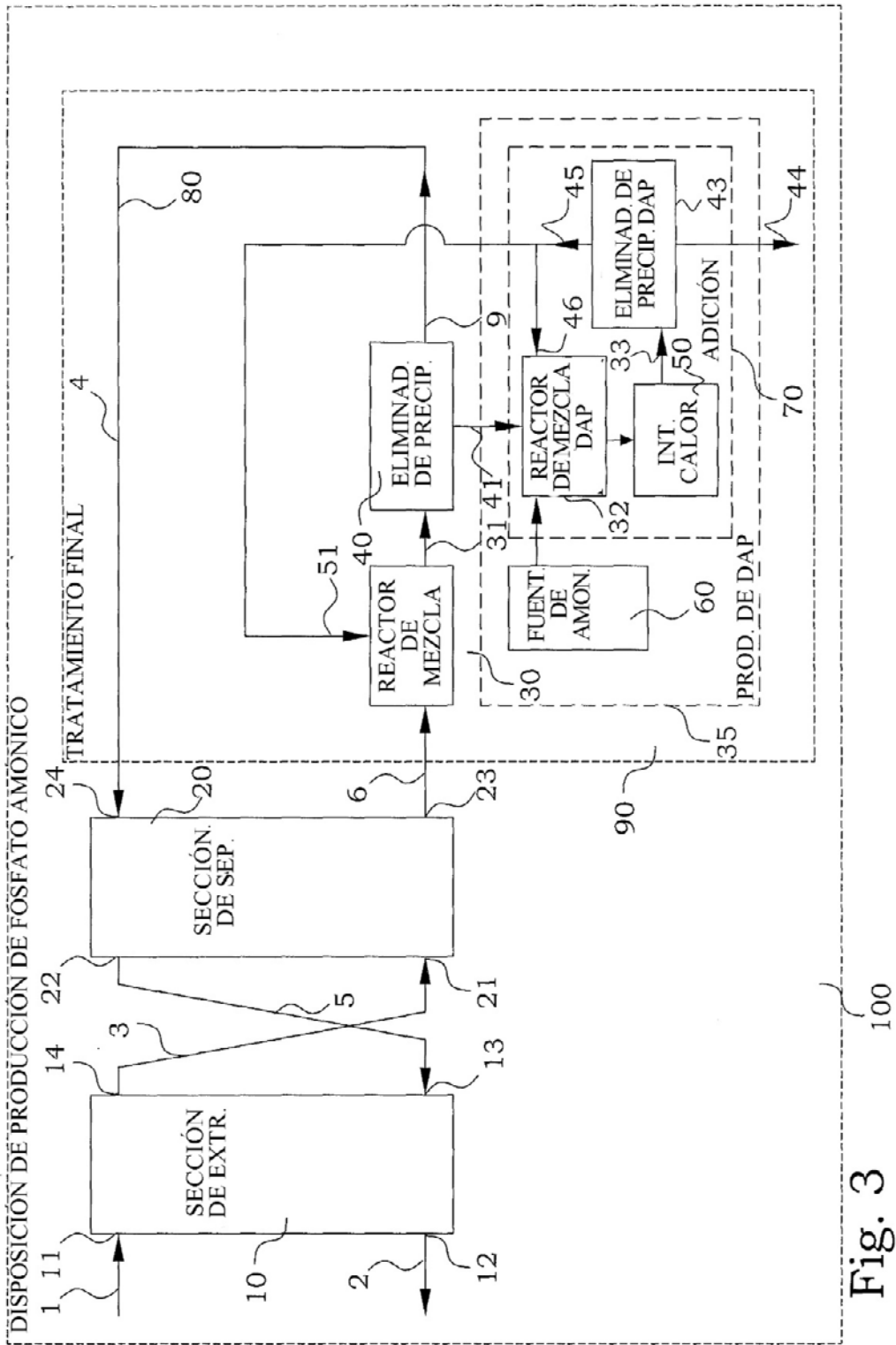


Fig. 3

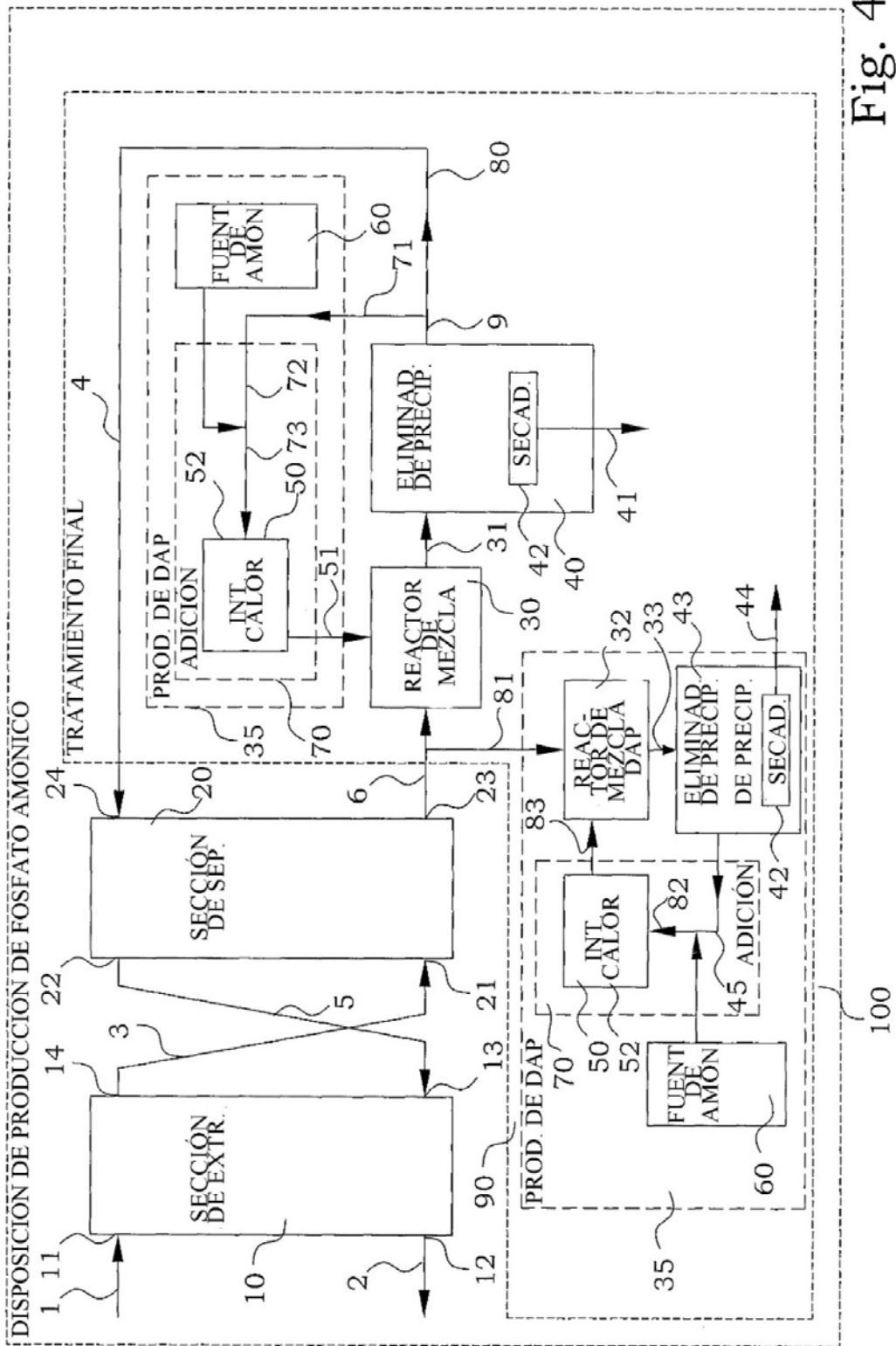


Fig. 4

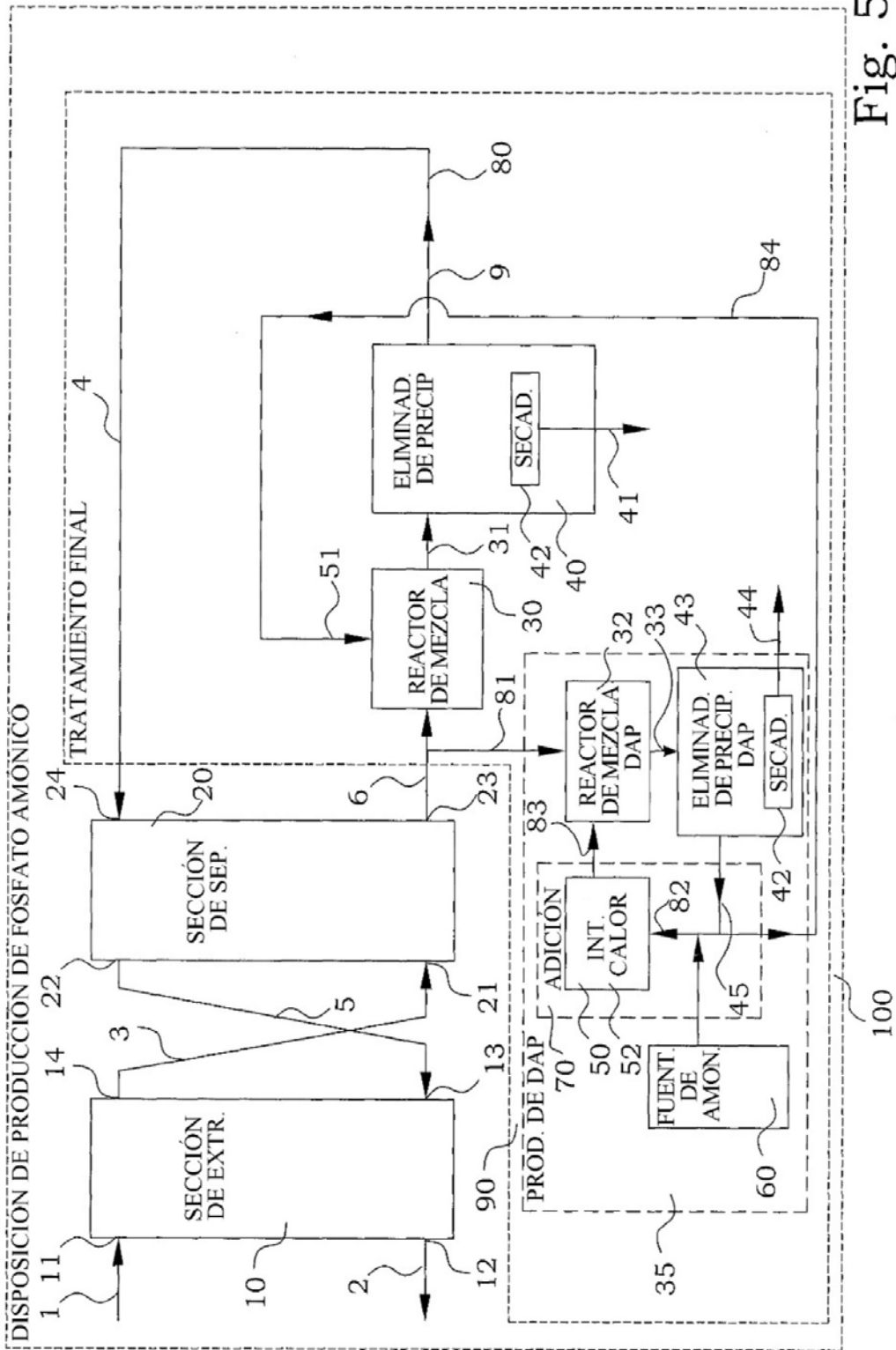


Fig. 5

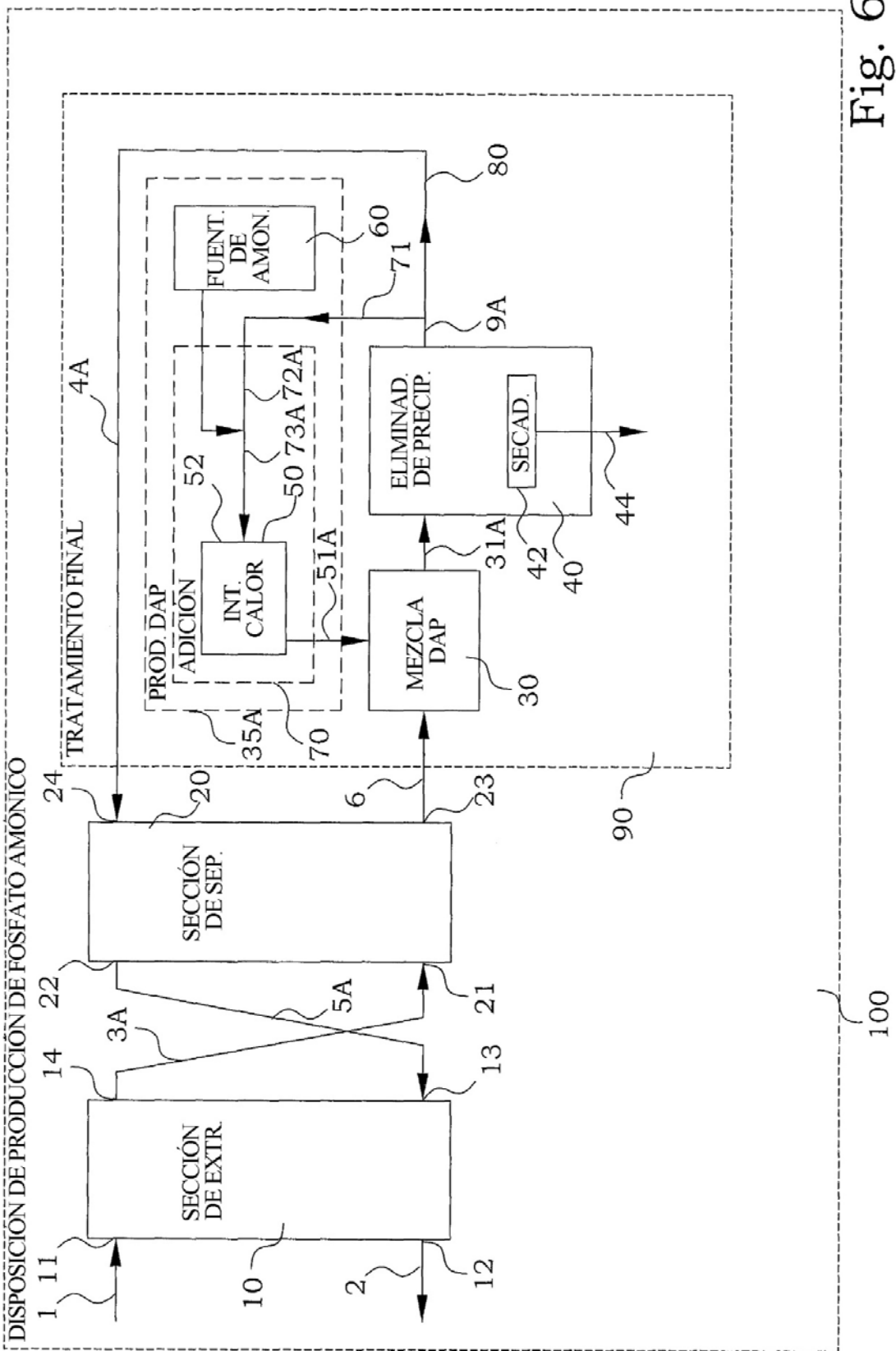


Fig. 6

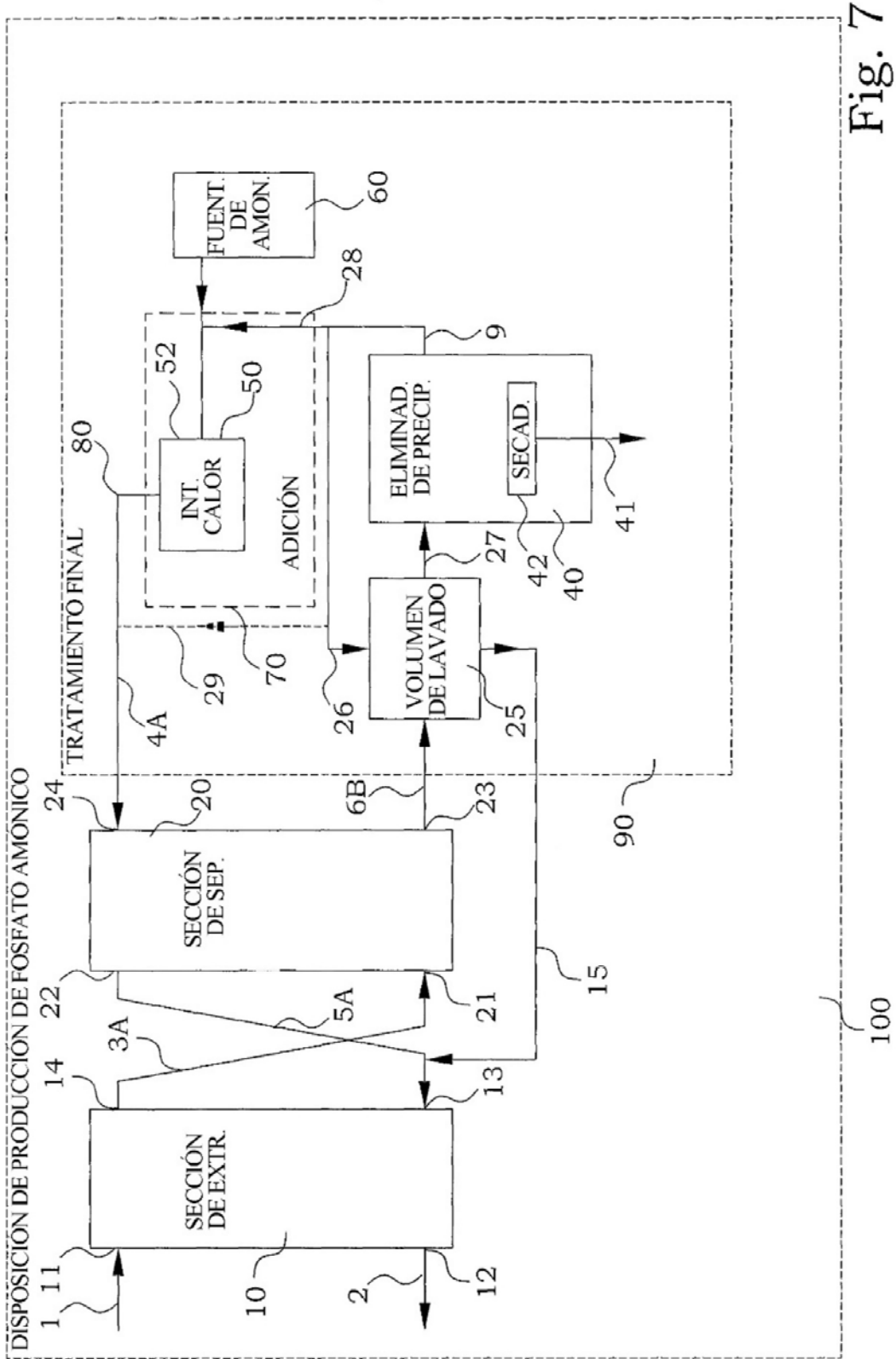


Fig. 7

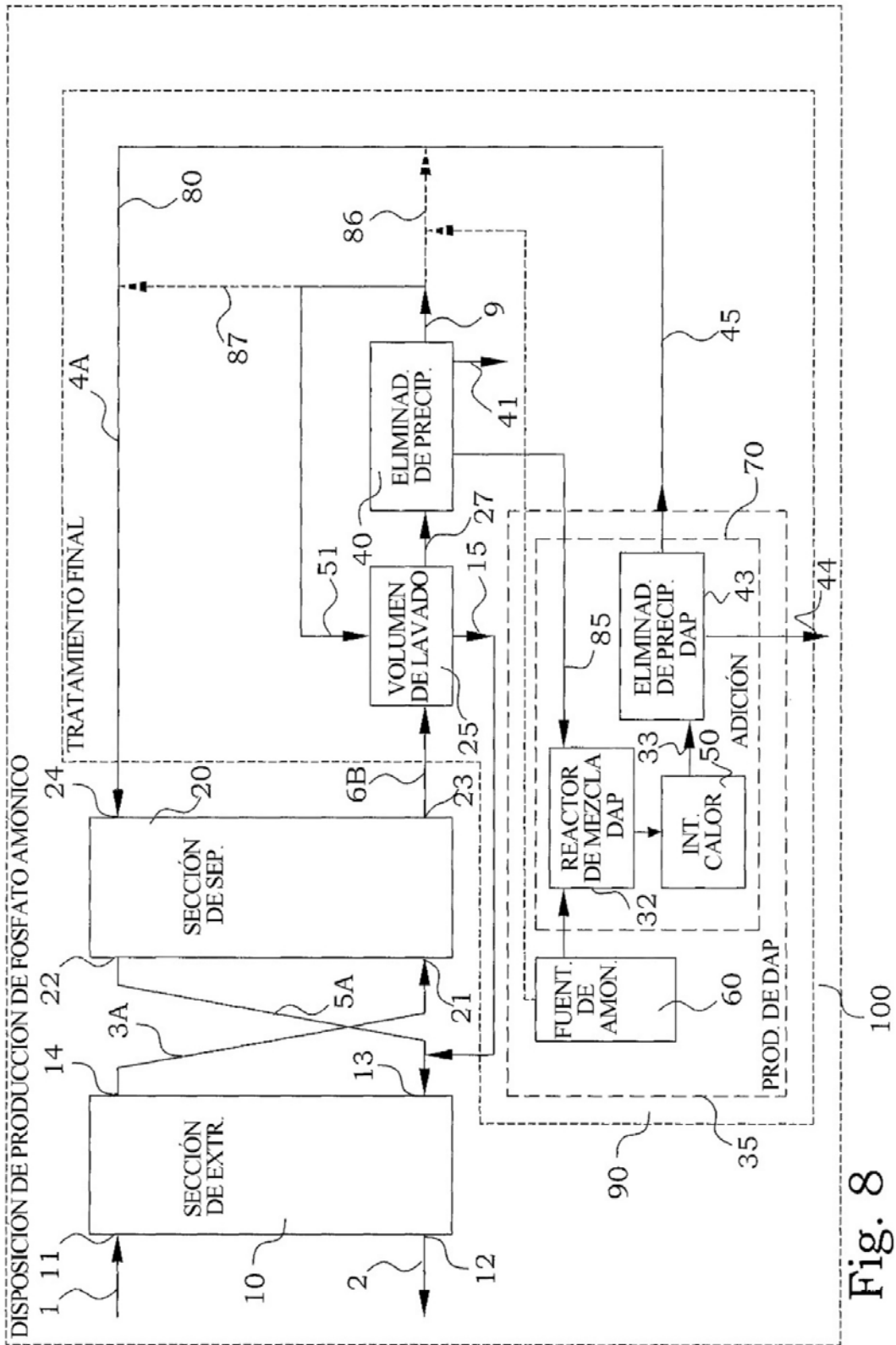


Fig. 8