

435726



P.- 59.983

O.No. 32571

O.L.917

Int. Cl.: A23K

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar PATENTE DE INVENCION

a nombre de NORSK HYDRO a.s.

entidad noruega

establecida en Bygdøy Allé 2, Oslo 2, Noruega

por: "METODO DE PRODUCIR FOSFATOS DE CALIDAD ALIMENTICIA
PARA ANIMALES"

(Clase Internacional A23K, CO1B)

21-4-75

-1-



30 ABR. 1975

Esta invención se refiere a un método y a un aparato para producir fosfatos de calcio a partir de ácido fosfórico y compuestos minerales de calcio. Más particularmente, la invención se refiere a un método para fabricar fosfatos de calidad para alimentación animal, fosfato monocálcico (MCP) y fosfato dicálcico (DCP), o una mezcla de éstos que contiene P y Ca en una proporción especificada, y en una forma en la que el componente de fósforo puede ser absorbido fácilmente por el organismo animal. Tales aditivos minerales para alimentos han de satisfacer ciertas normas de pureza con relación al contenido de flúor, arsénico y metales pesados. Para facilitar su manejo y uso es importante que estos fosfatos de calidad para alimentos estén en forma de granulados resistentes y que fluyan libremente, de tamaño de grano y densidad aparente apropiados, y que tengan buenas propiedades de almacenamiento.

La fabricación de tales fosfatos de pureza para alimentación animal por reacción entre ácido fosfórico y compuestos minerales de calcio de grano fino es ya conocida.

Es conocido además efectuar la reacción por conversión directa entre un ácido fosfórico purificado, relativamente concentrado, y un componente de calcio purificado, que puede estar, si es necesario, en forma de una suspensión acuosa, Durante la conversión, la mezcla de reac-



30 ABR. 1975

5 ción pasa primero por una fase aglutinada y pegajosa, tras lo cual se endurece a medida que continúa la reacción. Esto causa problemas de consistencia y de manejo, que ocasionan dificultades serias durante estas etapas de la reacción.

10 Cuando el componente de calcio está presente en forma de CaCO_3 , se forman cantidades considerables de gas durante la reacción, lo que aumenta aún más los problemas de consistencia y de manejo en el aparato. Probablemente, ésta es la razón por la que tantos procedimientos conocidos anteriores de fabricación de fosfatos de calidad para alimentación animal prescriben el empleo de otros compuestos de calcio que causen problemas menos graves de consistencia y manejo.

15 La mezcla de reacción está tan aglomerada y es tan viscosa que se necesita un mezclador muy potente durante el tratamiento adicional. En las técnicas de granulación conocidas de la técnica anterior hay dificultades para manejar la mezcla sin recircular cantidades considerables del producto reaccionado.

20 Los problemas de consistencia dificultan también el lograr una homogeneización y un mezclador apropiado de la masa de reacción. Las concentraciones locales de ácido debidas a un mezclador inadecuado causan a su vez un producto con inferiores propiedades de manejo y almacenamiento.

25

30 APR 1975

Por estas dificultades especiales, nadie ha conseguido aún, que sepan los autores de la invención, desarrollar un procedimiento sencillo y técnicamente aceptable para la fabricación de fosfatos granulados de calidad para alimentación animal que no formen polvo, a partir de ácido fosfórico y CaCO_3 . Según la Patente de Sudáfrica nº 66/7774, que se refiere a tal procedimiento de reacción, se elimina la etapa de granulación, y en su lugar, la mezcla de reacción viscosa y pegajosa se transfiere a una correa transportadora de movimiento lento, sobre la que se completa la reacción durante el endurecimiento del producto de reacción. La masa sólida se tritura después por medio de trituradoras giratorias. Sin embargo, se obtiene un producto no satisfactorio, con gránulos angulosos, no uniformes, y mucho polvo.

Según la patente Noruega nº 100.875, la reacción se efectúa en forma de un procedimiento discontinuo sin fase acuosa, y con un mezclado rápido con caliza finamente molida y ácido fosfórico al 80%, en un mezclador de artesas. Durante un breve período aparecen aglomerados, pero son deshechos por el mezclador a medida que aparecen, y se forma un polvo ligeramente plástico. Una desventaja particular de este procedimiento es el factor tiempo, ya que la reacción requiere un período de hasta 50 horas. Ni el producto en polvo es de suficientemente libre fluencia, ni

30 APR 1973

es particularmente adecuado para mezclarlo con los alimentos usuales para animales.

5 No obstante, también es un procedimiento anterior conocido reducir el período de reacción utilizando una mayor cantidad de agua y usando una técnica de granulación en húmedo conocida anteriormente. Los componentes de la reacción acuosa tienen que distribuirse después en una cantidad mayor de material de vuelta que ha reaccionado, recirculando al granulador desde los tamices de producto. La Solicitud de Patente Sueca nº 340.443, en período de inspección pública, se refiere a este procedimiento, pero su practicabilidad depende del empleo de cantidades considerables de material recirculado que ha reaccionado, incluso hasta 25 veces el peso de la mezcla de reacción, durante el procedimiento de granulación. Los componentes de reacción se distribuyen en este material de recirculación. El empleo de este material de recirculación complica el procedimiento y reduce la capacidad de producción de la etapa de granulación. También es difícil con este procedimiento lograr un control estrecho y cuidadoso de las condiciones de reacción con relación a la proporción agua/ácido, y tiempos y temperatura de reacción.

10

15

20

25 La presente invención proporciona un método nuevo y mejorado para la producción de fosfatos granulados de calidad para alimentación animal, a partir de ácido fos

30 APR 1979

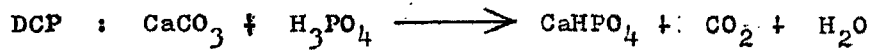
fórico y una suspensión acuosa de carbonato de calcio.

El objeto de esta invención es proporcionar un método sencillo y efectivo que es adecuado para instalaciones industriales modernas, y que puede emplearse para la producción continua y directa de granulados que fluyen libremente en forma de MCP ó DCP o una mezcla de ambos, que son fáciles de manejar y que tienen buenas propiedades de almacenamiento.

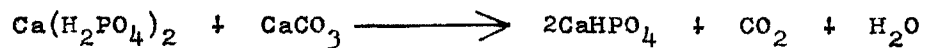
Otro objeto de la invención es proporcionar un procedimiento con el que una mezcla de reacción viscosa y adherente no impide el mezclado intensivo que es necesario para obtener una reacción y conseguir al mismo tiempo una consistencia estable que da un procedimiento eficaz y controlable, dando un material granulado sólido con el tamaño de grano y las propiedades que se deseen.

Otro objeto de la invención es proporcionar un procedimiento que también puede efectuarse con ácido fosfórico que contiene Ca, un material de partida que cuando se usa en los procedimientos convencionales de fabricación de fosfatos de calidad para alimentación animal da origen a los más difíciles problemas de consistencia.

La reacción entre el ácido fosfórico y el carbonato de calcio para formar fosfato monocálcico (MCP) o fosfato dicálcico (DCP) transcurre como sigue:



5 Cuando se usa ácido fosfórico que contiene
Ca, por ejemplo Ca procedente de una instalación de neutra-
lización previa o Ca que queda en el líquido de digestión
del proceso Odda, se ha encontrado que con el método se-
gún la invención el $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$ que hay en el ácido, inclu-
10 so en estado precipitado, se convierte como sigue:



15 Usando reaccionantes precalentados, puede hacerse
reaccionar muy rápidamente una suspensión acuosa de carbo-
nato de calcio finamente dividido con ácido fosfórico, con
formación violenta de gas y espuma. Según la invención,
esta reacción violenta entre los reaccionantes calientes
se emplea de una manera muy especial, con lo que tiene lu-
20 gar en ella un mezclado intensivo de los reaccionantes sin
ayuda de mezcladores mecánicos que consuman energía, y en
la que la mezcla de reacción se descarga o expulsa poco
después al aire. La mayor parte de la reacción tiene lugar
mientras la mezcla de reacción está en suspensión en el
25 aire en forma de gotas separadas de espuma. Es durante es-



30-ABR-1975

ta etapa cuando se da normalmente la consistencia pegajosa, y que se ha descrito antes como crítica con respecto a la miscibilidad, los requerimientos de energía, etc. Cuando se acaba el breve período de suspensión, la mezcla de reacción está en forma de un material en grano húmedo, no pegajoso.

El procedimiento según la invención se caracteriza particularmente por emplear una suspensión acuosa precalentada de carbonato de calcio de grano fino, que se pone en reacción con ácido fosfórico precalentado introduciendo los reaccionantes en una zona tubular corta de reacción, en la que el desprendimiento de gas resultante causa un mezclado y una agitación intensivos de los reaccionantes, y en la que el gas determina además una elevada presión que lanza o expelle al exterior una mezcla de reacción espumada por el extremo abierto de la zona tubular de reacción, completándose casi totalmente la reacción mientras las gotas formadas de mezcla de reacción están en suspensión libre, tras lo cual se recogen en forma de partículas húmedas no pegajosas.

Más adelante se pondrán de manifiesto otras características especiales de la invención, especialmente en relación con las reivindicaciones anexas.

Se describirán ahora el método y el aparato en conjunción con los dibujos anexos, en los que la Fig. 1

30 APR 1975

es un diagrama de procesos esquemático y simplificado,
y la Fig. 2 es una vista en corte a través de un reac-
tor tubular adecuado para efectuar el método. La Fig. 3
es una vista en corte transversal a través del mismo reac-
5 tor, a lo largo de la línea a - a de la Fig. 2.

La Fig. 1 muestra una conducción 1 de alimenta-
ción de suspensión de carbonato de calcio y otra conduc-
ción 2 de alimentación de ácido fosfórico. Una bomba 3
bombee la suspensión de creta caliente a través de la con-
10 ducción 1 hasta un reactor tubular corto 5, cuyo diseño
y modo de funcionamiento se describirá con más detalle
más adelante.

Se bombea ácido fosfórico caliente, a través de
la conducción 2, al reactor 5 por medio de una bomba 6,
15 y los dos reaccionantes se mezclan a fondo en el reactor,
y se forman gas y espuma. La mezcla de reacción se expul-
sa después a través del extremo abierto del reactor, entran-
do en una cámara 7 en la que la corriente se deshace en
partículas que están libremente en suspensión en gas, has-
20 ta que el producto de reacción cae y se recoge en un dis-
positivo de recogida 8. El extremo superior de la cámara
está provisto de una salida de gas conectada a un separa-
dor de ciclón y un extractor de gases 9. Cuando cae el fon-
do de la cámara 7, el fosfato para alimentación animal es-
25 tá en forma de un producto húmedo pero que fluye libremen-



6 APR 1975

te. Con un control y regulación adecuados de las condiciones de reacción, se obtiene un producto que es fácil de manejar y que puede contener cualesquiera proporciones de Ca/P que se desea.

5

A causa del desprendimiento de gas durante la reacción entre el ácido fosfórico y el carbonato de calcio, el producto tiene una estructura algo vesicular, con poros llenos de gas, que en ocasiones puede ser demasiado ligera para su mezcla directa con los demás componentes en algunos tipos de mezclas para alimentación animal.

10

Sin embargo, el material primario húmedo obtenido en la primera etapa del procedimiento es también muy adecuado para su tratamiento adicional, así como para su granulación con otras sustancias minerales y trazadores, que pueden mezclarse de modo eficaz en la corriente de recirculación antes del dispositivo 8 de mezclado y recogida. Por

15

lo tanto, la invención proporciona un método que hace posible el tratamiento adicional y permite que se deshaga la estructura porosa, con lo que puede producirse un granulado con una mayor densidad aparente. El producto inter-

20

medio procedente del dispositivo colector 8 se descarga a través de un alimentador de disco 10, que asegura una fácil fluidez por una abertura ancha. La altura deseada del material por encima del alimentador de disco se consigue por medio de un indicador de nivel (que no se muestra

25



30 ABR. 1975

5 en el dibujo) que controla la posición de eliminación de sobrante del alimentador. La cámara está provista además de instrumentación que permite que pase un flujo controlado de aire a través del producto poroso, caliente y un poco húmedo que está cerca de la salida. El producto se densifica después en una prensa 11 de una o de múltiples etapas que trabaja continuamente, a partir de la cual el material, en forma de escamas prensadas, se conduce a un granulador 12, donde se granula en su estado húmedo. De este modo se obtiene un alto rendimiento de un granulado fino que no forma polvo, que se envía a través de un secador 13 y después de un tamiz 14, tras lo cual el granulado no adherente y de fácil fluidez se lleva al almacenamiento.

15 El reactor tubular 50 se muestra con más detalle en las Figs. 2 y 3. Consta de tres secciones principales, una cámara de mezcla 55, una cámara de presión 56, y un tubo de descarga 53. Dos conducciones de alimentación separadas, 51 y 52, dirigen a los reaccionantes tangencialmente al interior de la cámara de mezcla 55 (Fig 3), de tal modo que se causa una turbulencia y un mezclado potentes a medida que aumenta en intensidad la formación de gas. Se genera una elevada presión en la cámara de presión 56, presión que expulsa y acelera el flujo de mezcla en espumación a través de la salida,

20

25

30 ABR. 1975

un poco más estrecha, del tubo de descarga 53. Preferiblemente, este tubo puede desmontarse de la cámara de presión, y puede tener diversas formas de construcción. La sección transversal y el volumen total de reactor seleccionado, pueden ser tales que haya una velocidad inicial óptima de la mezcla de reacción en relación con la reactividad de los reaccionantes. La elección de materiales en el reactor no es crítica, y la salida puede ser de acero pulido, Teflon o algún otro material de caucho o plástico. Se prefieren los materiales de plástico y caucho si los componentes de la mezcla tienen tendencia a depositar capas en el interior del reactor. En el extremo posterior, cerrado, del reactor hay dispuesta una varilla 54, que puede usarse para mantener abierto el reactor si llega a obstruirse como resultado de una parada inesperada del sistema, etc.

Ejemplos:

1. (MCP)

Se emplearon 55,1 kg/h de carbonato de calcio precipitado, molido a un tamaño medio de grano de 15-20 micras, y con un tamaño máximo de partícula de aproximadamente 50 micras, en forma de una suspensión en agua al 60%. La temperatura era de $90 \pm 3^\circ\text{C}$, y la suspensión se introdujo continuamente en un reactor, juntamente con 127,5 kg de ácido fosfórico por hora a $116 \pm 2^\circ\text{C}$. El ácido contenía 82,8% de H_3PO_4 .

30 APR 1975

Se obtuvieron 184 kg/h de un producto que contenía 21,8% de H_2O , antes del proceso de granulación. El contenido de dióxido de carbono era de 0,6%, y el material era muy adecuado para su transporte y manejo, y eventual granulación. Fué fácil secar el producto continuamente hasta un contenido de agua inferior a 1,4%. Después de secar, las partículas eran resistentes y densas. El contenido de P en el granulado seco era de 22,6%. La proporción en peso Ca/P era de 0,71.

10 2 (MCP)

Carbonato de calcio de la misma finura que el usado en el Ejemplo 1 se hizo reaccionar con un ácido fosfórico menos concentrado, lo que dió como resultado un producto de reacción más acuoso. 141,8 kg de ácido fosfórico al 74,5% y 88,8 kg de suspensión de carbonato de calcio al 64,5% por hora se introdujeron en el reactor, que se hizo trabajar a una presión de 3,2 atm. Esto dió como resultado un producto del reactor de grano muy fino, que tenía propiedades que lo hacían adecuado para su manejo y granulación adicionales.

20 3 (MCP)

Carbonato de calcio del mismo origen que en el Ejemplo 1, pero con un tamaño medio de grano de aproximadamente 50 micras, se trató en la misma instalación piloto. La concentración y la cantidad de suspensión eran las mis-



30 ABR. 1975

mas que en el Ejemplo 1, y la temperatura era de 87°C. El contenido de ácido era el mismo que en el Ejemplo 1, y la temperatura era de 117±1°C. El procedimiento de secado tardaba mucho tiempo y el producto estaba incompletamente seco. El producto era pegajoso y corrosivo y contenía 3,7% de CO₂. La pegajosidad mostró ser un inconveniente durante el subsiguiente proceso de granulación.

5
4 (DCP)

El ejemplo siguiente y el Ejemplo 7 muestran como se produjo el DCP: Se obtuvo un producto con bajo contenido de P en el mismo aparato usado en los ejemplos antedichos, haciendo reaccionar una cantidad mayor de carbonato con ácido fosfórico.

15 Se usó carbonato de calcio precipitado, molido hasta un 98% por debajo de 20 micras, correspondiente a un tamaño medio de grano de 4-5 micras, en una suspensión en agua al 59%. La suspensión se calentó sólo a 65°C, y se introdujeron 177 kg/h en el reactor. Se introdujeron en el reactor 110 kg/h de un ácido fosfórico al 87,6%, a una temperatura de 113°C.

20 El producto de reacción contenía 33% de H₂O y 1,8% de CO₂, y era adecuadamente plástico para su granulación. Con una proporción en peso de Ca/P = 1,4, el análisis del producto seco mostró 18,8% de P y 26,5% de Ca.

25 5 (MCP)

30 ABR 1975

Se preparó un carbonato de calcio precipitado, prácticamente de la misma finura que el usado en el Ejemplo 1, en forma de una suspensión en agua al 42,6%, y se introdujeron en el reactor 54 kg/h a 92°C. Para producir un fosfato de calidad para alimentación animal que contenía aproximadamente 24% de P, esta cantidad de carbonato se hizo reaccionar con un ácido fosfórico exento de Fe y que contenía Ca, a 128°C y a una velocidad de 128,6 kg/h. El contenido de P del ácido era de 25,9%, y la proporción en peso de Ca/P era de 0,43, de modo que la relación Ca/P del producto fuera próxima a 0,70.

La velocidad de reacción era satisfactoria, y la plasticidad y el contenido de agua del producto de reacción le hacían muy adecuado para su granulación (con 18,5% de H₂O). El producto contenía 0,6% de CO₂ procedente del CaCO₃ no convertido.

6 (MCP)

La misma calidad de carbonato de calcio usado en el Ejemplo 5, pero en una suspensión menos acuosa, de 60% de CaCO₃, se hizo reaccionar con el mismo ácido y en las mismas condiciones y temperaturas. La reacción era lenta e incompleta. El producto era inadecuado para granulación, y se encontró que contenía 2,5% de CO₂. Había una proporción considerable de reacción retardada cuando el producto se continuó tratando.

30 APR 1975

7 (DCP)

Carbonato de calcio de un tamaño medio de grano de 10-15 micras, pero en una suspensión al 46,8% alimentada a una velocidad de 159,6 kg/h, se hizo reaccionar
5 ventajosamente a 98°C con 129,1 kg/h de ácido fosfórico que contenía Ca, con Ca/P = 0,322 y un total de 25,8% de P. La temperatura del ácido era de 132°C. El hecho de que la reacción tardase más tiempo no impidió el posterior
tratamiento del producto de reacción con aproximadamente
10 35% de H₂O. Con una proporción Ca/P de 1,22, no hubo ningún residuo de ácido que causara problemas, a pesar de una cierta cantidad de carbonato sin reaccionar, que daba un análisis de CO₂ de 1,7%.

La mayor cantidad de agua eliminada durante el
15 secado dió un producto que tenía un peso de 750 g por litro cuando se eliminaron todas las partículas por debajo de 0,1 mm y por encima de 1,5 mm. La partícula tenía también una resistencia algo débil en comparación con un producto con una proporción Ca/P inferior. Una muestra de
20 producto con 3% de H₂O (determinado por secado durante 3 horas a 105°C) tenía un análisis de 20,1%.

8 (Ensayos de almacenamiento)

Diversas calidades de los fosfatos de calidad para alimentación animal se almacenaron durante 12
25 semanas en condiciones climáticas fluctuantes. Las bolsas se



30 ABR. 1975

colocaron en prensas hidráulicas bajo una presión de aproximadamente 1500 kg. Los fosfatos de calcio tenían una proporción en peso Ca/P de 0,7-1,3. No había ninguna partícula por encima de 1,5 mm. Las inferiores a 0,1 mm constituían entre 1 y 23%, y el contenido de agua, determinado por secado durante 3 horas a 105°C, era de 0,4-4,9.

También se prepararon a partir de los mismos productos mezclas que contenían hasta 33% de caliza finamente triturada y hasta 60% de MgO en polvo. Sólo una mostró síntomas de apelmazamiento al cabo de 12 semanas de almacenamiento. Esta era un MCP deliberadamente pulverulento y mal secado, mezclado con caliza (18% de polvo y 4% de agua).

Las mezclas que contenían MgO no mostraron ningún signo de apelmazamiento, ni el MCP sólo, incluso con 23% de polvo y 5% de H₂O.

Todos los tantos por ciento dados en los ejemplos anteriores son en peso.

Es importante que el carbonato de calcio sea de grano suficientemente fino. Los ensayos se han hecho con diversos tamaños de grano, y se encontró que era necesario un tamaño de grano de preferiblemente menos de 50 micras. El tamaño medio de grano preferido está en la zona de menos de 20 micras. Una calidad molida muy finamente con el 98% en peso de tamaño de grano por debajo de 20 mi

30 ABR. 1975

cras y un tamaño medio de grano de 4-5 mieras dió también como resultado un producto final completamente satisfactorio. Este es un material de grano mucho más fino que el empleado en otros procedimientos comerciales anteriores conocidos, en los que se usan partículas más gruesas para evitar problemas de consistencia y evitar una reacción de masiade rápida. Las cantidades mayores de agua daban como resultado una reacción más rápida. Sin embargo, no es posible aprovechar esta ventaja para emplear carbonato de calcio mucho más grueso, porque el carbonato no es suficientemente reactivo.

Puede usarse carbonato de calcio mineral, así como precipitado, Este último puede ser carbonato de calcio convertido a partir de nitrato de calcio, $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$, del procedimiento Odda, con NH_3 y CO_2 .

Como ya se ha dicho, el procedimiento es también flexible, ya que pueden fabricarse MCP ó DCP u otras calidades "más promedias". Ya se ha descrito la flexibilidad del procedimiento con relación a las materias primas. Ha demostrado ser adecuado tanto el ácido fosfórico exento de Ca como el que contiene Ca, reduciéndose de modo correspondiente la cantidad de CaCO_3 en relación con la cantidad de calcio contenido en el ácido fosfórico.

En ambos casos, las proporciones Ca/P en el producto pueden seleccionarse a voluntad.



30 ABR. 1975

Los tipos de ácido fosfórico disponibles en el comercio que satisfacen los requerimientos antes citados con respecto a pureza son comparativamente concentrados. La mayor parte de los ensayos se han efectuado con dos
5 calidades de ácido fosfórico, ácido fosfórico puro que contenía de 74-88% en peso de H_3PO_4 , y ácido fosfórico puro que contenía Ca producido a partir del líquido de digestión del proceso Odda. Ninguno de los tipos estaba diluido y ambos reaccionaron satisfactoriamente. Pueden
10 usarse también tipos más acuosos de ácido, siempre que por lo demás satisfagan los requerimientos en cuanto a calidad. El ajuste del contenido de agua de la suspensión de carbo
nato, y el ajuste de otras variables del proceso, aseguran la velocidad de reacción y la consistencia deseadas
15 si se sigue el procedimiento descrito.

El ácido que contiene Ca, que da lugar a los problemas de consistencia más difíciles cuando se usa en la fabricación convencional de fosfatos de calidad para ali-
mentación animal, es sorprendentemente fácil de emplear en
20 el nuevo procedimiento.

No obstante, es importante que la proporción en peso Ca/P no sea demasiado alta, y, según la invención, se ha encontrado que lo mejor es emplear una proporción
Ca/P de 0,45. El ácido fosfórico y la suspensión de carbo
25 nato se precalientan antes de introducirse en la zona de



30 ABR 1975

reacción. Se han usado temperaturas de 65-100°C en el ca
so de la suspensión de carbonato y de 113-132°C en el ca
so del ácido fosfórico. Este cumple los requerimientos
con relación al grado de reacción y de consistencia del
5 producto con carbonato de calcio de una finura de grano
razonable. Si el carbonato de calcio está muy finamente
molido, las temperaturas pueden reducirse correspondiente
mente, de modo que siempre es fácil de conseguir el grado
deseado de reactividad.

10 La presente solicitud, que corresponde a la pre
sentada en Noruega el 19 de Marzo de 1.974, bajo el número
74.0984, se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vi
gente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

15

REIVINDICACIONES

20

Los puntos de invención propia y nueva, que se
presentan para que sean objeto de esta solicitud de Paten
te de Invención en España, por VEINTE años, son los que
se recogen en las reivindicaciones siguientes:

25

1ª.- Método de producir fosfatos de calidad ali

21-4-75

-20-



menticia para animales, tales como fosfato monocálcico, fosfato dicálcico o mezclas de los mismos, por reacción directa entre ácido fosfórico y materiales que contienen Ca, caracterizado por poner en reacción una suspensión pre
5 calentada de carbonato de calcio finamente molido con una cantidad adecuada de ácido fosfórico precalentado, introduciendo los reaccionantes en una zona de reacción tubular y corta, abierta por un extremo, con lo que tiene lugar el desprendimiento de gas y un mezclado intensivo de
10 los reaccionantes en la zona de reacción, y el gas formado expulsa de la zona de reacción tubular a la mezcla de reacción espumante, completándose sustancialmente la reacción mientras las partículas individuales de la mezcla están suspendidas libremente en aire o gas, y recoger después la mezcla que ha reaccionado, en forma de un
15 granulado que fluye libremente que tiene propiedades de manejo mejoradas.

20 2º.- Método según la reivindicación 1ª, caracterizado por seguir tratando el producto comprimiéndolo en una o más etapas, y desintegrar después en partículas, en una operación de granulación, las escamas húmedas comprimidas así obtenidas.

25 3º.- Método según las reivindicaciones 1ª y 2ª, caracterizado porque la suspensión de carbonato de calcio transferida a la zona de reacción está en forma de una sus

pensión acuosa en la que al menos el 97% en peso del carbonato de calcio tiene un tamaño de grano de menos de 50 micras.

5 4a.- Método según la reivindicación 3a, caracterizado porque el tamaño medio de grano del carbonato de calcio es inferior a 20 micras.

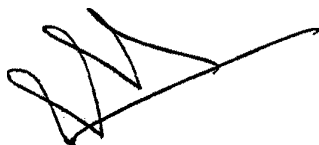
10 5a.- Método según cualquiera de las reivindicaciones 1a a 4a, caracterizado porque la suspensión de carbonato de calcio que se transfiere a la zona de reacción se precalienta a una temperatura en el intervalo de 60-100°C.

15 6a.- Método según cualquiera de las reivindicaciones 1a a 5a, caracterizado porque el ácido fosfórico que se transfiere a la zona de reacción se precalienta a una temperatura en el intervalo de 113-132°C.

20 7a.- Método según la reivindicación 6a, caracterizado por usar un ácido fosfórico puro, comparativamente concentrado, que contiene de 74 a 88% en peso de H_3PO_4 .

25 8a.- Método según la reivindicación 6a, caracterizado por usar ácido fosfórico que contiene Ca.

9a.- Método según la reivindicación 8a, caracterizado porque la proporción Ca/P del ácido fosfórico que contiene Ca no excede de 0,45.



10a.- Método de producir fosfatos de ca
lidad alimenticia para animales.

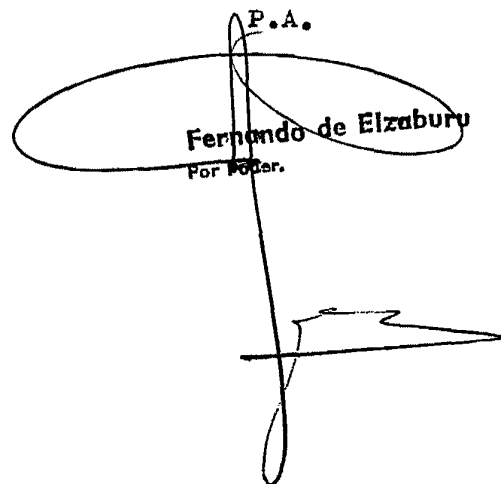
5 Tal y como se ha descrito en la Memo-
ria que antecede, representado en los dibujos que se
acompañan y para los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de veintitrés ho-
jas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 18. JUN. 1976

10

P.A.
Fernando de Elzaburu
Por Poder.



15

20

25

5.6.76

JMM/.



30 APR 1973

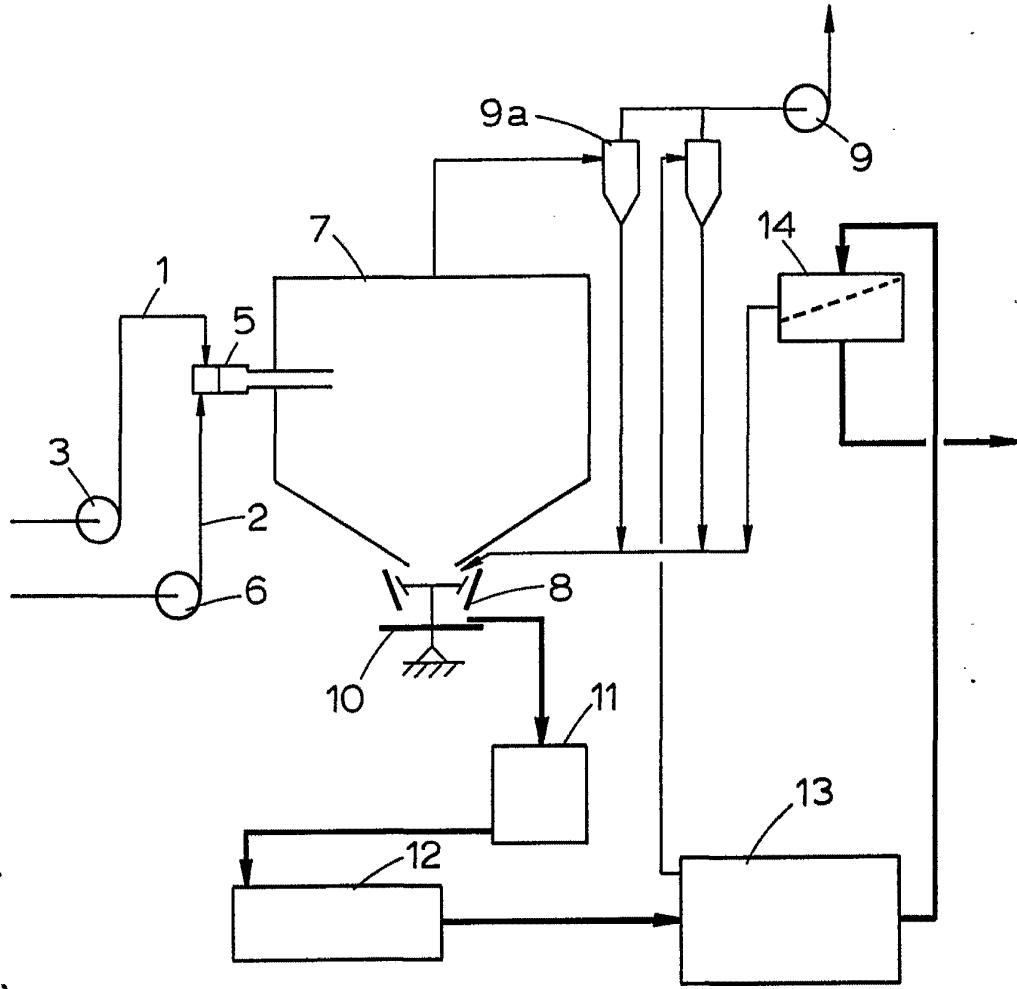


Fig.1

Fernando de Elzaburu
Por Poder

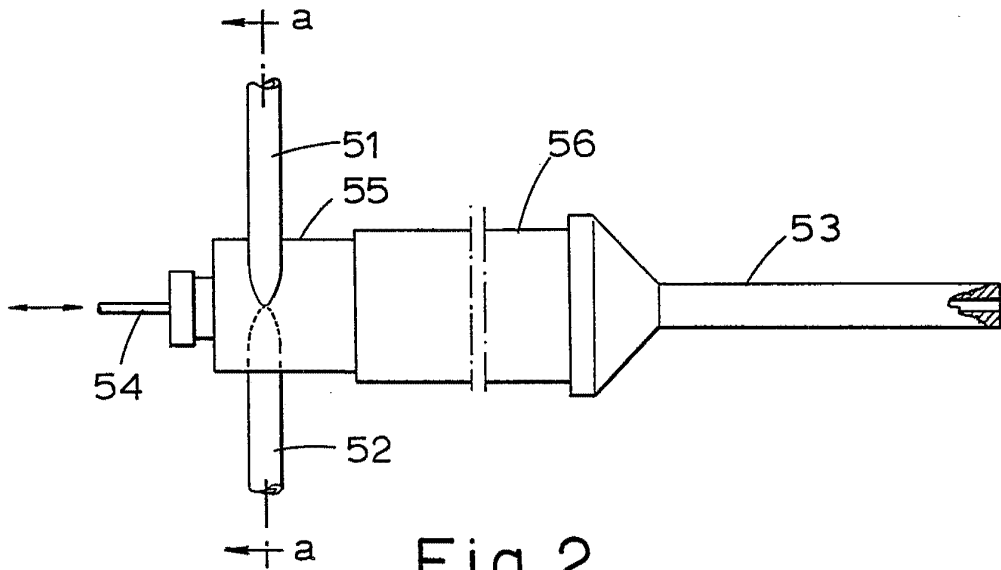


Fig. 2

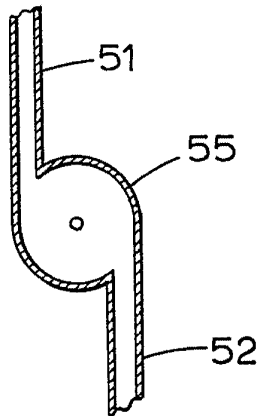


Fig. 3

Fernando de Elacburu
Por Poder