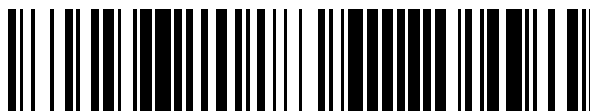


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 809 737**

51 Int. Cl.:

C01B 25/32 (2006.01)

C01B 25/22 (2006.01)

C05B 7/00 (2006.01)

C05B 11/12 (2006.01)

A23L 33/16 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **27.06.2017** **PCT/EP2017/065857**

87 Fecha y número de publicación internacional: **04.01.2018** **WO18002051**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.06.2017** **E 17736898 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **13.05.2020** **EP 3475222**

54 Título: **Procedimiento de preparación de monohidrógenofosfato de calcio**

30 Prioridad:

28.06.2016 BE 201605485

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
05.03.2021

73 Titular/es:

PRAYON TECHNOLOGIES (100.0%)
Rue Joseph Wauters 144
4480 Engis, BE

72 Inventor/es:

THEYS, TIBAUT y
HENRY, THOMAS

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 809 737 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

Procedimiento de preparación de monohidrógenofosfato de calcio

La presente invención se refiere a un procedimiento de preparación de monohidrógenofosfato de calcio o fosfato dicálcico que comprende las etapas de:

- (a) digestión en medio acuoso, durante un período de tiempo predeterminado, de una fuente de fosfato por un ácido, con formación de una pasta que comprende una fase acuosa que contiene fosfato de calcio en disolución y una fase sólida que contiene impurezas;
- (b) una primera separación entre dicha fase acuosa que contiene fosfato de calcio en disolución y dicha fase sólida que contiene impurezas, durante un período de tiempo predeterminado;
- (c) una neutralización de dicha fase acuosa que contiene fosfato de calcio en disolución a un pH suficiente para obtener una precipitación en un medio acuoso de fosfato de calcio insoluble como dicho monohidrógenofosfato de calcio y
- (d) una segunda separación entre dicho medio acuoso y dicho monohidrógenofosfato de calcio.

El ataque por un ácido de una fuente de fosfato, tal como mineral de fosfato, se conoce desde hace muchos años, por ejemplo, a partir de los documentos de las patentes US 3304157 y GB 105 15 21.

El documento WO 2004002888 divulga un procedimiento de fabricación de monohidrógenofosfato de calcio (DCP, por las siglas en inglés de fosfato dicálcico) y también un procedimiento de producción de ácido fosfórico a partir del DCP obtenido según el procedimiento descrito en ese documento de patente.

Este documento prevé un ataque de un mineral de fosfato en un recipiente de digestión mediante una disolución de ácido clorhídrico, que presenta una concentración del orden del 5 % en peso, para formar una pasta que comprende una fase acuosa que contiene fosfato de calcio e iones cloruro en disolución y una fase sólida que contiene impurezas.

El paso de la pasta mencionada previamente por un filtro prensa permite separar la fase acuosa que contiene fosfato de calcio y los iones cloruro en disolución de la fase sólida que contiene impurezas.

Se realiza una neutralización de la fase acuosa separada que contiene fosfato de calcio e iones cloruro por medio de una adición de un compuesto cálcico para hacer precipitar el DCP insoluble en la fase acuosa, después de una subida de pH.

Se realiza una separación adicional para recuperar una torta húmeda de DCP al final del procedimiento.

En lo que se refiere a la producción de ácido fosfórico con ayuda del DCP así obtenido, se realiza mediante una extracción líquido-líquido y necesita varias etapas de puesta en práctica.

En efecto, es necesario realizar una etapa de solubilización de la torta húmeda de DCP, obtenida según el procedimiento precedentemente descrito, mediante un nuevo ataque con ácido clorhídrico más concentrado, con una concentración que puede ir hasta un 20 % en peso. Esta solubilización permite la formación de una disolución acuosa que contiene iones fosfato, iones calcio e iones cloruro, a extraer mediante un agente de extracción orgánico.

Más precisamente, esta etapa de extracción se lleva a cabo en una columna de extracción por medio de un disolvente orgánico y permite producir una fase acuosa de extracción que contiene iones cloruro e iones calcio y una fase orgánica de extracción que contiene ácido fosfórico.

La fase orgánica de extracción que contienen el ácido fosfórico se re-extrae con ayuda de un agente de re-extracción acuoso de manera que se aísla una fase acuosa de re-extracción que contiene iones fosfato.

Por último, una concentración de la fase acuosa de re-extracción permite la formación de una disolución acuosa de ácido fosfórico.

Este procedimiento de producción de ácido fosfórico es complejo y necesita varias etapas onerosas para proporcionar un ácido fosfórico de calidad suficiente para las aplicaciones previstas.

Además, la utilización de disolventes de extracción orgánica hace que un procedimiento tal sea poco atractivo en términos de impacto ecológico.

El documento de la patente WO 2005 066 070 se refiere a un procedimiento de ataque del mineral de fosfato por una disolución acuosa de ácido clorhídrico que presenta una concentración de HCl inferior al 10 % en peso, con formación de una pasta constituida por una fase acuosa que contiene fosfato de calcio en disolución e iones cloruro y por una fase sólida insoluble que contiene impurezas.

Se realiza una neutralización de la fase acuosa citada previamente a un primer pH al cual se mantiene una parte significativa de fosfato de calcio en fase acuosa con el fin de hacer precipitar las impurezas.

A continuación, la fase sólida insoluble antes citada se separa de la fase acuosa mientras que las impurezas precipitadas se aíslan.

- 5 Se efectúa una neutralización adicional de la fase acuosa a un segundo pH superior a dicho primer pH para precipitar el DCP que se separa a continuación del medio acuoso.

Este procedimiento está limitado por el hecho de que es preciso utilizar una disolución acuosa de ácido clorhídrico que presenta una concentración inferior a 10 % en peso.

- 10 Más recientemente, un procedimiento de ataque de una fuente de fosfato por una disolución acuosa de ácido clorhídrico ha sido objeto de la solicitud de patente WO 2015 082 468.

Según este documento, la digestión de la roca en presencia de la disolución acuosa de ácido clorhídrico permite formar una pasta constituida por una fase acuosa que contiene fosfato de calcio e iones cloruro en disolución y una fase sólida insoluble que contiene impurezas.

- 15 La fase acuosa se separa a continuación de la fase sólida por filtración para que la fase acuosa pueda ser neutralizada a un pH suficiente con el fin de formar un medio acuoso que comprende iones cloruro y con el fin de precipitar el fosfato de calcio en forma de dicha sal de fosfato. Una separación posterior permite aislar la sal de fosfato.

Según este procedimiento, las etapas de ataque y de filtración se realizan a una temperatura comprendida entre 50 °C y 70 °C y la primera disolución acuosa de ácido clorhídrico presenta una concentración de HCl igual o inferior a 15 % en peso.

- 20 Desafortunadamente, los procedimientos conocidos son poco prácticos para las industrias dado que no presentan un rendimiento de extracción de P_2O_5 que sea suficiente respecto de la cantidad de P_2O_5 presente en la fuente de fosfato de partida y dado que la sal de fosfato obtenida no es suficientemente pura, lo que determina no obstante su potencial de utilización en varios campos de aplicación, como la agricultura o el dominio alimentario y las aplicaciones técnicas de alto valor añadido.

- 25 En consecuencia, existe la necesidad real de proporcionar un procedimiento para fabricar monohidrógenofosfato de calcio que resuelva finalmente este conjunto de problemas ligados a la pureza del monohidrógenofosfato de calcio, limitando las pérdidas de P_2O_5 en los residuos generados por el procedimiento con el objetivo de mejorar los rendimientos generales del procedimiento.

- 30 La invención tiene por objeto conseguir un procedimiento de fabricación del monohidrógenofosfato de calcio que pueda ser más sencillo de poner en práctica y fiable, teniendo en cuenta debidamente el compromiso entre el grado de pureza deseado para el monohidrógenofosfato de calcio obtenido al final del procedimiento, la limitación de las pérdidas de P_2O_5 y la duración del proceso.

- 35 Para resolver este problema, se prevé según la invención un procedimiento tal como se indica al principio, en el cual dicha primera separación de dicha etapa b) se realiza a una velocidad de filtración comprendida entre 0,15 y 3 toneladas de $P_2O_5/\sqrt{\Delta P}/m^2/día$, preferiblemente comprendida entre 0,3 y 0,9 toneladas de $P_2O_5/\sqrt{\Delta P}/m^2/día$, en particular entre 0,4 y 0,7 toneladas de $P_2O_5/\sqrt{\Delta P}/m^2/día$, siendo calculada dicha velocidad de filtración según la ecuación siguiente:

$$Velocidad\ de\ filtración = \frac{Q_{P2O5}}{\sqrt{\Delta P} \Omega T_f}$$

donde:

- 40 Q_{P2O5} corresponde a la cantidad de P_2O_5 recogida en el filtrado y se expresa en toneladas;

Ω es la superficie del filtro expresada en m^2 ;

ΔP es la diferencia entre la presión a la salida del filtrado y la presión aplicada a la pasta en el momento de dicha primera separación y se expresa en bar, y

T_f es la duración de dicha primera separación, y se expresa en días.

Como resulta conocido para los expertos en la técnica, la velocidad de filtración indicada previamente se calcula como se describe, en particular, en Albert Rushton, Anthony S. Guard y Richard G. Holdich, Solid-Liquid Filtration and Separation Technology, páginas 35-93, ed. John Wiley and Sons, 2008.

- 5 De manera sorprendente, se ha encontrado que era posible obtener de manera sencilla un rendimiento de extracción de P_2O_5 para las etapas a y b superior a 90 % en peso, preferiblemente superior a 93 % en peso, de manera ventajosa superior a 95 % en peso, aplicando velocidades de filtración rápidas y económicas a escala industrial.

Se ha constatado que el procedimiento según la invención permite realizar dicha etapa b) de primera separación a una velocidad de filtración que es particularmente ventajosa ya que permite, a la vez, reducir la duración de los períodos de filtración sin aumentar el tamaño del filtro, lo que se necesita para la aplicación industrial.

- 10 Dicho período de tiempo predeterminado de dicha etapa a) de digestión puede ser de duración superior, igual o inferior a la de la etapa b) de la primera separación susodicha.

Ha resultado especialmente ventajoso que la etapa de primera separación no sea más restrictiva para el usuario dado que es rápida y eficaz. Ello tiene como consecuencia que el procedimiento según la presente invención es suficientemente rentable dado que no necesita lavado repetido y consecuente del medio de separación.

- 15 En la práctica, ya sea según un proceso en continuo, o discontinuo, estas ventajas proporcionadas por el procedimiento disminuyen netamente la superficie de filtración necesaria. De este modo, la etapa de primera separación es más sencilla y más eficaz, lo que permite al final proporcionar un procedimiento más rentable que los procedimientos conocidos del estado de la técnica.

- 20 Como se ha explicado, el monohidrógeno fosfato de calcio obtenido según el procedimiento de la presente invención se puede utilizar en el campo de la agricultura, de la alimentación o incluso en una composición destinada a la agricultura o a la alimentación. En especial, el campo de la agricultura incluye los fertilizantes, como los abonos. También se puede destinar a la producción de ácido fosfórico.

- 25 De manera ventajosa, las etapas a) y b) mencionadas se realizan durante un período de tiempo predeterminado inferior a 2 horas, preferiblemente con una duración comprendida entre 30 y 100 minutos, preferiblemente entre 30 y 70 minutos, más preferiblemente entre 40 y 65 minutos.

Más ventajosamente aún, dicho período de tiempo predeterminado de dicha etapa a) está comprendido ventajosamente entre 75 y 100 minutos, preferiblemente entre 80 y 95 minutos, o entre 20 y 45 minutos, en particular entre 24 y 40 minutos, preferiblemente entre 30 y 35 minutos.

- 30 Según un modo preferido, dicha fuente de fosfato y dicho ácido se introducen de manera simultánea o sucesiva en un primer reactor que comprende dicho medio acuoso, con el fin de realizar dicha etapa a) de digestión y dicha pasta que comprende dicha fase acuosa que contiene fosfato de calcio en disolución y dicha fase sólida que contiene impurezas se transfiere del primer reactor a un medio de separación para poner en práctica dicha primera separación retomada en la etapa b) de primera separación mencionada antes.

Más preferiblemente, dicho medio de separación se sitúa entre dicho primer reactor y un segundo reactor.

- 35 Todavía más preferiblemente, dicho medio de separación está presente en un segundo reactor en el cual se introduce dicha pasta que comprende una fase acuosa que contiene fosfato de calcio en disolución y una fase sólida que contiene impurezas, para poner en práctica dicha primera separación retomada en la etapa b) susodicha.

Además, dicho medio de separación puede ser preferiblemente un filtro escogido entre los del grupo constituido por filtros rotativos, preferiblemente de células basculantes, filtros prensa, filtros de banda, filtros de tambor.

- 40 Según un modo preferido, dicho ácido se escoge entre los del grupo formado por ácido clorhídrico (HCl), ácido nítrico, ácido sulfúrico, ácido fosfórico y sus mezclas.

De manera ventajosa, dicho ácido es una disolución acuosa de ácido, preferiblemente de ácido clorhídrico, que presenta una concentración de ácido inferior o igual a 15 % en peso.

- 45 Más preferiblemente todavía, las etapas a) y b) se efectúan a una temperatura comprendida entre 50 °C y 70 °C, preferiblemente igual a 60 °C.

Preferiblemente, dicha fuente de fosfato se escoge entre los elementos del grupo constituido por rocas de fosfato, minerales de fosfato, fuentes de fosfato secundarias tales como cenizas (por ejemplo, procedentes de lodos de depuradoras o de huesos o de estiércoles de cerdos) o de sus mezclas.

De manera ventajosa, la etapa de neutralización se realiza por medio de un agente de neutralización escogido en el grupo constituido por compuestos a base de calcio tales como óxido o hidróxido de calcio, carbonato de calcio o sales de calcio hidrosolubles.

Otras formas de realización del procedimiento según la invención se indican en las reivindicaciones anexas.

- 5 La presente invención se refiere también a una utilización del monohidrógenofosfato de calcio obtenido según la presente invención para producir ácido fosfórico.

Tal producción de ácido fosfórico puede implicar un ataque del monohidrógenofosfato de calcio obtenido con ácido sulfúrico.

- 10 Preferiblemente, el monohidrógenofosfato de calcio obtenido según el procedimiento de acuerdo con la presente invención se utiliza en la industria alimentaria o en el ámbito agrícola u hortícola.

Otras formas de realización de la utilización según la invención se indican en las reivindicaciones anexas.

Otras características, detalles y ventajas del procedimiento y de la utilización según la invención resaltarán de la descripción que se da a continuación, a título no limitador.

- 15 En el marco de la presente invención, la expresión “se realiza una digestión durante un período de tiempo predeterminado” se debe entender como que quiere decir que la digestión se termina en el momento en el que se inicia la etapa de primera separación, lo que corresponde al momento en el que la pasta se introduce en un medio de separación, tal como un filtro.

- 20 En el marco de la presente invención, la expresión “primera separación realizada durante un período de tiempo predeterminado” se debe entender como que quiere decir que la duración ligada a esta primera separación se determina a partir del momento en el que la pasta a filtrar se introduce en un medio de separación, tal como un filtro.

Según un ejemplo práctico, se introducen simultáneamente o sucesivamente un mineral de fosfato y una disolución acuosa de ácido clorhídrico en un medio acuoso contenido en un primer reactor.

- 25 Después de digestión durante un período de tiempo predeterminado, se obtiene una pasta en el primer reactor y se introduce en un medio de separación con el fin de realizar la etapa b) de primera separación durante un período de tiempo predeterminado que puede ser inferior al correspondiente a la etapa a) de digestión.

Este medio de separación puede estar presente en el primer reactor o en un segundo reactor.

Cuando el medio de separación está presente en el primer reactor, puede estar en comunicación de fluidos con ese reactor.

- 30 De este modo, el período predeterminado de digestión se termina a partir del momento en el que se introduce la pasta en el medio de separación.

El medio de separación puede también estar presente en un segundo reactor eventualmente en comunicación de fluidos con el primer reactor.

Asimismo, es posible recurrir a un primer reactor, a un segundo reactor y a un medio de separación que puede estar dispuesto entre dichos primer y segundo reactores de modo que esté en comunicación de fluidos con estos últimos.

- 35 En el marco de la presente invención, el procedimiento se puede realizar de manera continua o discontinua.

La etapa de neutralización de dicha fase acuosa que comprende fosfato de calcio e iones cloruro en disolución, cuando el ataque se efectúa con ácido clorhídrico, se realiza a un pH suficiente para precipitar el fosfato de calcio en forma de dicho monohidrógenofosfato de calcio.

- 40 Se prevé una segunda separación entre dicho medio acuoso que comprende los iones cloruro y el monohidrógenofosfato de calcio de manera que se proporcione el monohidrógenofosfato de calcio obtenido mediante el procedimiento según la presente invención.

Las etapas de neutralización y de segunda separación son conocidas por los expertos en la técnica, en especial a partir del documento de la patente WO 2015 082 468, la cual se incorpora como referencia en la presente solicitud de patente.

- 45 **Ejemplo 1**

Se parte de un mineral de fosfato que presenta las características indicadas en la tabla 1 siguiente:

Cantidad de fosfato		1000,0 g
Humedad	1,93 %	19,3 g
CaO	48,90 %	489,0 g
P ₂ O ₅	31,00 %	310,0 g

Se introduce en un recipiente una cantidad de 120,8 g de agua desmineralizada y, a continuación, una cantidad de 75 g del fosfato de la tabla 1 se añade al agua desmineralizada, bajo agitación, para formar una mezcla. Luego se cubre el recipiente con un vidrio de reloj y la mezcla se lleva a una temperatura de 60 °C.

- 5 Se mezclan 120,8 g de agua desmineralizada con una disolución acuosa de ácido clorhídrico que presenta una concentración de HCl del 37 %, de manera que se obtienen 357,7 g de una disolución acuosa de HCl al 12 %. Esta última se añade luego a la mezcla caliente de fosfato y agua desmineralizada.

Se mide la duración de la digestión desde el momento en el que se añade la disolución acuosa de ácido diluido a la mezcla caliente que contiene el fosfato y el agua desmineralizada.

- 10 La disolución obtenida tras la digestión se filtra, a una temperatura de filtración de 60 °C, por medio de un filtro de fibra de poliéster que tiene un diámetro de 90 mm y un espesor de 0,17 mm dispuesto en un equipamiento tipo Buchner previamente puesto bajo vacío.

La presión de filtración utilizada es 0,4 bar, lo que representa una diferencia de presión motriz de 0,6 bar respecto de la presión atmosférica de 1 bar.

- 15 La duración de filtración corresponde al tiempo necesario para obtener una torta húmeda a partir de la pasta formada en las etapas precedentes. Después de la filtración, la torta se somete a una etapa de secado en el curso de la cual se aspira el aire ambiente a través de la torta de filtración, durando 5 minutos la etapa de secado. Según este primer ejemplo de realización, la duración de la filtración es de 5 minutos.

- 20 El peso de la torta húmeda obtenida se mide a continuación, así como el peso del filtrado. Los filtrados y la torta de filtración se someten luego a análisis.

La torta de filtración húmeda se seca después a una temperatura de 60 °C y se mide también su peso, tras el secado.

En este ejemplo, el tiempo de digestión es de 30 minutos y la duración de la filtración es de 5 minutos, como se ilustra en la tabla 2 que va a continuación.

Tabla 2

Ejemplo 1	
Cantidad de fosfato de partida	75 gramos
Cantidad de la disolución acuosa de HCl al 12 %	357,7 gramos
Temperatura de digestión del mineral	60 °C
Tiempo de digestión	30 minutos
Temperatura de filtración	60 °C
Tiempo de filtración	5 minutos
Velocidad de filtración	1,3 toneladas de P ₂ O ₅ /m ² /√ΔP/día

25

El rendimiento de P₂O₅ en el producto final obtenido al final del procedimiento después de las etapas a y b es igual a 94,03 %. El rendimiento se calcula sobre la base de la cantidad de P₂O₅ presente en el mineral de fosfato. Representa el porcentaje de P₂O₅ en el filtrado después de la etapa de primera separación b respecto de esa cantidad.

Ejemplo 2

Este ejemplo se realiza en las mismas condiciones operatorias que las descritas en el ejemplo 1, con excepción del hecho de que el tiempo de digestión es de 45 minutos y la duración de filtración es de 5,5 minutos, como se ilustra en la tabla 3, a continuación.

Tabla 3

Ejemplo 2	
Cantidad de fosfato de partida	75 gramos
Cantidad de la disolución acuosa de HCl al 12 %	357,7 gramos
Temperatura de digestión del mineral	60 °C
Tiempo de digestión	45 minutos
Temperatura de filtración	60 °C
Tiempo de filtración	5,5 minutos
Velocidad de filtración	1,1 toneladas de $P_2O_5/m^2/\sqrt{\Delta P}/día$

5

El rendimiento de P_2O_5 tras las etapas a y b del procedimiento es de 93,02 %.

Ejemplo 3

Este ejemplo se realiza en las mismas condiciones operatorias que las descritas en el ejemplo 1, con excepción del hecho de que el tiempo de digestión es de 60 minutos y la duración de filtración es de 4,75 minutos, como se ilustra en la tabla 4, a continuación.

10

Tabla 4

Ejemplo 3	
Cantidad de fosfato de partida	75 gramos
Cantidad de la disolución acuosa de HCl al 12 %	357,7 gramos
Temperatura de digestión del mineral	60 °C
Tiempo de digestión	60 minutos
Temperatura de filtración	60 °C
Tiempo de filtración	4,75 minutos
Velocidad de filtración	1,3 toneladas de $P_2O_5/m^2/\sqrt{\Delta P}/día$

El rendimiento de P_2O_5 en el producto tras las etapas a y b del procedimiento es de 93,16 %.

Ejemplo 4

Este ejemplo se realiza en las mismas condiciones operatorias que las descritas en el ejemplo 1, con excepción del hecho de que el tiempo de digestión es de 90 minutos y la duración de filtración es de 2,33 minutos, como se ilustra en la tabla 5, que va a continuación.

15

Tabla 5

Ejemplo 4	
Cantidad de fosfato de partida	75 gramos
Cantidad de la disolución acuosa de HCl al 12 %	357,7 gramos

Temperatura de digestión del mineral	60 °C
Tiempo de digestión	90 minutos
Temperatura de filtración	60 °C
Tiempo de filtración	2,33 minutos
Velocidad de filtración	2,7 toneladas de $P_2O_5/m^2/\sqrt{\Delta P}/día$

El rendimiento de P_2O_5 en el producto obtenido tras las etapas a y b del procedimiento es de 91,96 %.

Ejemplo 5

- 5 Este ejemplo se realiza en las mismas condiciones operatorias que las descritas en el ejemplo 1, con excepción del hecho de que el tiempo de digestión es de 10,5 minutos y la duración de filtración es de 25 minutos, como se ilustra en la tabla 6, que va a continuación.

Tabla 6

Ejemplo 5	
Cantidad de fosfato de partida	75 gramos
Cantidad de la disolución acuosa de HCl al 12 %	357,7 gramos
Temperatura de digestión del mineral	60 °C
Tiempo de digestión	10,5 minutos
Temperatura de filtración	60 °C
Tiempo de filtración	25 minutos
Velocidad de filtración	0,3 toneladas de $P_2O_5/m^2/\sqrt{\Delta P}/día$

El rendimiento de P_2O_5 en el producto obtenido tras las etapas a y b del procedimiento es de 96,33 %.

10 Ejemplo 6

Este ejemplo se realiza en las mismas condiciones operatorias que las descritas en el ejemplo 1, con excepción del hecho de que el tiempo de digestión es de 15 minutos y la duración de filtración es de 13 minutos, como se ilustra en la tabla 7.

Tabla 7

Ejemplo 6	
Cantidad de fosfato de partida	75 gramos
Cantidad de la disolución acuosa de HCl al 12 %	357,7 gramos
Temperatura de digestión del mineral	60 °C
Tiempo de digestión	15 minutos
Temperatura de filtración	60 °C
Tiempo de filtración	13 minutos
Velocidad de filtración	0,5 toneladas de $P_2O_5/m^2/\sqrt{\Delta P}/día$

El rendimiento de P_2O_5 en el producto obtenido tras las etapas a y b del procedimiento es de 96,19 %.

Ejemplo 7

Este ejemplo se realiza en las mismas condiciones operatorias que las descritas en el ejemplo 1, con excepción del hecho de que el tiempo de digestión es de 21,5 minutos y la duración de filtración es de 9 minutos, como se ilustra en la tabla 8 que va a continuación.

5 Tabla 8

Ejemplo 7	
Cantidad de fosfato de partida	75 gramos
Cantidad de la disolución acuosa de HCl al 12 %	357,7 gramos
Temperatura de digestión del mineral	60 °C
Tiempo de digestión	21,5 minutos
Temperatura de filtración	60 °C
Tiempo de filtración	9 minutos
Velocidad de filtración	0,7 toneladas de $P_2O_5/m^2/\sqrt{\Delta P/día}$

El rendimiento de P_2O_5 en el producto obtenido tras las etapas a y b del procedimiento es de 96,09 %.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de preparación de monohidrógenofosfato de calcio que comprende las etapas de:

a) digestión en medio acuoso, durante un período de tiempo predeterminado, de una fuente de fosfato por un ácido, con formación de una pasta que comprende una fase acuosa que contiene fosfato de calcio en disolución y una fase sólida que contiene impurezas;

b) una primera separación entre dicha fase acuosa que contiene fosfato de calcio en disolución y dicha fase sólida que contiene impurezas, durante un período de tiempo predeterminado;

c) una neutralización de dicha fase acuosa que contiene fosfato de calcio en disolución a un pH suficiente para obtener una precipitación en un medio acuoso de fosfato de calcio insoluble como dicho monohidrógenofosfato de calcio y

d) una segunda separación entre dicho medio acuoso y dicho monohidrógenofosfato de calcio,

caracterizado por que dicha primera separación de dicha etapa b) se realiza a una velocidad de filtración comprendida entre 0,15 y 3 toneladas de $P_2O_5/\sqrt{\Delta P}/m^2/día$, preferiblemente comprendida entre 0,3 y 0,9 toneladas de $P_2O_5/\sqrt{\Delta P}/m^2/día$, en particular entre 0,4 y 0,7 toneladas de $P_2O_5/\sqrt{\Delta P}/m^2/día$, siendo calculada dicha velocidad de filtración según la ecuación siguiente:

$$Velocidad\ de\ filtración = \frac{Q_{P2O5}}{\sqrt{\Delta P} \Omega T_f}$$

donde:

Q_{P2O5} corresponde a la cantidad de P_2O_5 recogida en el filtrado y se expresa en toneladas;

Ω es la superficie del filtro expresada en m^2 ;

ΔP es la diferencia entre la presión a la salida del filtrado y la presión aplicada a la pasta en el momento de dicha primera separación y se expresa en bar, y

T_f es la duración de dicha primera separación, y se expresa en días.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el cual las etapas a) y b) previamente mencionadas se realizan durante un período de tiempo predeterminado inferior a 2 horas, preferiblemente con una duración comprendida entre 30 y 100 minutos, preferiblemente entre 30 y 70 minutos, más preferiblemente entre 40 y 65 minutos.

3. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que dicha fuente de fosfato y dicho ácido se introducen en un primer reactor que comprende dicho medio acuoso, de manera simultánea o sucesiva, a fin de realizar dicha etapa a) de digestión y en el que dicha pasta que comprende dicha fase acuosa que contiene fosfato de calcio en disolución y dicha fase sólida que contiene impurezas se transfiere desde el primer reactor a un medio de separación para poner en práctica dicha primera separación retomada en la susodicha etapa b).

4. Procedimiento según la reivindicación 3, en el que dicho medio de separación se sitúa entre dicho primer reactor y un segundo reactor.

5. Procedimiento según la reivindicación 3, en el que dicho medio de separación está presente en un segundo reactor en el cual se introduce dicha pasta que comprende una fase acuosa que contiene fosfato de calcio en disolución y una fase sólida que contiene impurezas, para poner en práctica dicha primera separación retomada en la susodicha etapa b).

6. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 3 a 5, en el que dicho medio de separación es un filtro escogido en el grupo constituido por un filtro rotativo, preferiblemente de células basculantes, un filtro prensa, un filtro de bandas o un filtro de tambor.

7. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que dicho ácido se escoge en el grupo constituido por ácido clorhídrico (HCl), ácido nítrico, ácido sulfúrico, ácido fosfórico y sus mezclas.

8. Procedimiento según la reivindicación 7, en el que dicho ácido es una disolución acuosa de ácido que presenta una concentración de ácido inferior o igual a 15 % en peso, preferiblemente en el primer reactor.

9. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que las etapas a) y b) se llevan a cabo a una temperatura comprendida entre 50 °C y 70 °C, preferiblemente igual a 60 °C.

10. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que dicha fuente de fosfato se escoge en el grupo constituido por rocas de fosfato, minerales de fosfato, fuentes de fosfato secundarias tales como cenizas, por ejemplo, procedentes de lodos de depuradoras o de huesos o de estiércoles de cerdos o de sus mezclas.

5 11. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la etapa de neutralización se realiza por medio de un agente de neutralización escogido en el grupo constituido por compuestos a base de calcio tales como el óxido, el hidróxido, carbonato de calcio y sales de calcio hidrosolubles.