

221.399

221399

P - 13.163.-
A 11027
Case 14.162.-

23 MAY 1955



LA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

PATENTE DE INVENCION

en

ESPAÑA

por VEINTE años

a nombre de CHEMICAL CONSTRUCTION CORPORATION, entidad norteamericana establecida en 488 Madison Avenue, Nueva York, N.Y., Estados Unidos de América, por:

" UN METODO PARA LA PRODUCCION DE GRANULOS UNIFORMES
Y ESTABLES DE FERTILIZANTES " .-

Este invento se refiere a un procedimiento de granular materiales. Más particularmente, se refiere al desmenuzamiento de materiales con fluido, seguido de solidificación. Más específicamente, el invento se relaciona con la trituración o granulación de fer-

5



221399

tilizantes nitrogenados, tales como nitrato amónico y urea.

5 Antes, un fertilizante nitrogenado, tal como urea o nitrato amónico, era cristalizado a partir de soluciones acuosas muy concentradas o por reducción de la temperatura de una solución sobresaturada o por absorción del exceso de humedad de ella. Sin embargo, los fertilizantes nitrogenados producidos de esta manera no son enteramente satisfactorios. Esto se debe a que los cristales son higroscópicos y absorben por ello
10 rápidamente la humedad de la atmósfera. En consecuencia, el almacenaje de estos productos presenta un difícil problema ya que al aterrarse los cristales en una masa sólida resultaba practicamente imposible esparcir este material sobre las tierras de labor mediante las máquinas usuales de esparcir fertilizantes. Si los cristales, obtenidos a partir de soluciones acuosas muy concentradas, se molían para hacer un producto uniforme, se obtenía una excesiva cantidad de polvo. Este método,
15 además, era insatisfactorio porque el polvo presenta un difícil problema de manejo.

 Se han hecho intentos para resolver estas dificultades en practicas anteriores. Fundamentalmente, los métodos antiguos se relacionaban con la conversión de la fusión del fertilizante en unapulverización
25 a una temperatura justamente por encima del punto de fusión y dejar que las gotas cayesen a través de una con-



221399

tracorriente gaseosa mantenida a una temperatura tal que las gotas se solidifiquen a su paso por la cámara formando con ello gránulos esféricos. Sin embargo, ninguno de los métodos de pulverización fué completamente satisfactorio ya que las trayectorias de las gotitas de pulverización eran al azar. Como consecuencia, se originaron importantes problemas en el diseño y funcionamiento de la cámara. Entre las dificultades encontradas podemos enumerar las siguientes:

10 1.- Las gotitas con trayectorias al azar chocan con las paredes de la cámara y se solidifican en ella. Esto requiere interrupciones periódicas del funcionamiento de la instalación de trituración para limpieza. Por otra parte, la acumulación de estas gotitas formaría casualmente masas suficientemente pesadas para chocar con las paredes y caer al fondo de la cámara, en cuyo caso la base de la cámara debe construirse con la robustez suficiente para resistir el impacto de estas masas. En torres que utilizan pulverizaciones como medio de dispersar soluciones en caliente se han llegado a acumular masas de hasta 250 Kg. de peso aproximadamente.

15 2.- Los productos resultantes salen de la cámara conteniendo cantidades excesivas de material grueso o demasiado grande, debido a los depósitos que se desprenden de las paredes, así como polvo producido por agrupación de gotitas casuales que chocan con otras debido a la impropia difusión del material derretido por



1955

221399

métodos técnicos antiguos.

Esto provoca una carga de recirculación muy grande ya que grandes cantidades de materiales gruesos y finos deben separarse por tamizado de la gama óptima de tamaños de partículas, y fundirse de nuevo..

3.- Hay que levantar torres demasiado altas con los cimientos necesarios para soportar la elevada estructura, para llevar a cabo los métodos de trituración de la técnica antigua.

Es un objeto principal de la invención superar las desventajas y dificultades de los métodos anteriores de granulación de fertilizantes que se presentan siempre que se hayan de pulverizar soluciones por un orificio.

Otro objeto de la invención es reducir sustancialmente el coste inicial de construcción de una torre de granulación de materiales fertilizantes y proporcionar una operación de granulado suave.

Otro objeto más es proporcionar un fertilizante uniforme y estable en medio húmedo que se pueda esparcir fácilmente.

Otros objetos y ventajas de esta invención se evidenciarán de la siguiente exposición que describe la forma preferible de llevar a la práctica el invento.

Como se ha mencionado anteriormente la técnica antigua está llena de métodos de granular materiales por pulverización de corrientes de fluido. Por

22 1 399

consiguiente, es sorprendente que por el sencillo medio del presente invento sea posible granular materiales en un aparato que tiene un coste inicial más bajo y hace el procedimiento más limpio y el producto más uniforme, repitiéndose menos veces el ciclo del material fino y basto al crisol para ulterior tratamiento.

De acuerdo con el método del presente invento, la granulación del fertilizante nitrogenado se lleva a cabo por calentamiento del fertilizante a una temperatura justamente por encima del punto de fusión y se chorrea el material fundido o derretido en chorros finos unidireccionales a través de una contracorriente de gas secador. Este chorro unidireccional se obtiene forzando una solución a través de un tubo largo a elevada presión para que salga un chorro continuo de líquido.

El tubo es de longitud suficiente para eliminar corrientes de remolino en el líquido antes de que el chorro llegue a la punta de la tobera. Esta precaución evita que las partículas casuales se descarguen en un ángulo e interfieran con chorros líquidos que están siendo expulsados de otras toberas.

Los chorros finos primero fluyen hacia arriba y luego se rompen en gotitas que caen a través de una contracorriente gaseosa a tales temperaturas que las gotas se solidifican a su paso por la cámara para formar gránulos de forma esferoidal. Se ha pensado que la

22 1 3 9 9

expresión "esferoides chatos" describiría más exactamente la forma del gránulo.

El hecho no apreciado por las varias industrias que emplean procedimientos de granulación es que el chorro de líquido que fluye ascendentemente no debe ser rociado o desparramado, sino que debe continuar en un chorro unidireccional ininterrumpido hasta que tiende a separarse por las fuerzas de tensión superficial. En otras palabras, el chorro asciende formando un ángulo agudo mientras mantiene aproximadamente la misma sección transversal que el diámetro de la tobera hasta que llega a un punto que es preferible que esté cerca de la parte superior de la trayectoria y tiende a formar gotitas de forma de esferoides cuyo eje más corto es ligeramente más ancho que el diámetro del chorro de líquido cuando sale de la tobera. Las gotitas así formadas pasan por encima del punto más alto de la trayectoria y empiezan a caer libremente a través de una contracorriente gaseosa que absorbe un pequeño porcentaje del agua de las gotitas. Esta absorción de humedad y efecto refrigerante de la corriente de elevación de aire origina una costra o película dura en las gotitas, proporcionando con ello resistencia al rozamiento y otras fuerzas deformadoras.

El dibujo en perspectiva diagramática que se acompaña es explicativo, pero no necesariamente limitativo de la torre usada para llevar a cabo la granula-



221399

ción, en la que se dirige un chorro de material fundido en trayectoria paraboloidal.

5 Aunque el aparato para practicar el invento puede variar de forma, el aparato mostrado en el dibujo que se acompaña es el tipo preferible.

10 En este aparato, se alimenta líquido en el depósito 20 por medio de una bomba de alimentación 21 a través de un tubo 11 a presión por las toberas 1, 1a, 1b, 1c, 1d y 1e, que están inclinadas de manera que las fusiones vertidas sean dirigidas ascendentemente formando un ángulo con la horizontal de unos 45 grados. La circulación del líquido puede ser controlada por una válvula 22. Cualquier tipo de tobera que evite una distribución al azar del material fundido podría ser usado. Las
15 toberas están convenientemente montadas en una cámara de toberas 2. El aire es forzado cerca del fondo de la cámara 3 por medio de un ventilador 4. Cuando las gotitas empiezan a caer se solidifican por razón de la más baja temperatura de la corriente de elevación de aire y
20 en parte se secan. Este efecto desecador ocurre principalmente en la parte exterior del gránulo. En el gránulo se forma una costra dura que es lo suficientemente dura para evitar la formación de polvo cuando los gránulos chocan unos con otros o contra el aparato, por ejemplo
25 en los lados de la tolva del fondo de la torre. Los gránulos son también suficientemente duros para resistir el rozamiento en más alto grado durante la operación del



221399

tamizado. El exterior duro de los gránulos también evita la deformación cuando hay una sobrecarga considerable, como en las tolvas de almacenaje. Otro beneficio derivado de estos gránulos endurecidos es el hecho de que los gránulos muestran muy poca tendencia a formar terrones aunque se almacenen temporalmente en espera de un tratamiento posterior al calor en hornos giratorios o de otros tipos. Las bolitas o gránulos parcialmente secos se recogen en la tolva del fondo de la cámara 5 y salen de la tolva por medio del transportador 6 al elevador 7, que dirige los gránulos al tamiz 8. Aquí las partículas de tamaño demasiado grande y demasiado pequeño son cernidas y separadas y luego pasan al disolvedor 10 en el que el material vertido se funde de nuevo y se bombea por medio de la bomba 10a a través del tubo 10b al depósito alimentador 20 para nueva granulación. El material de tamaño correcto pasa del cedazo 8 al almacén o para empaque mediante el transportador 9. El aire de contracorriente que ha pasado a través de la cámara 3 se saca de la cámara en 23 y luego pasa a través de un tubo al recogedor de polvo 12. El aire es eliminado aquí. El polvo recogido después de esto pasa a través del tubo 24 al disolvedor 10 donde es fundido de nuevo y de nuevo vuelve al depósito alimentador 20 para ulterior proceso a través de las toberas 1. Toda la operación puede ser observada por el operador a través de una mirilla de vidrio 25.



221399

Aunque solo se muestra un granulador por razón de sencillez, se pueden usar, si se desea, dos o más de tales granuladores.

El anterior aparato se usa ventajosamente en la preparación de fertilizantes tales como la úrea y el nitrato amónico y se describirá en la granulación de la urea. Urea obtenida por varios procedimientos conocidos en los que la solución final contenga aproximadamente 95% de urea y 5% de agua se puede usar de acuerdo con nuestro procedimiento. Está dentro de la previsión del presente invento utilizar del 1% al 15% de agua y 99% a 85% de urea. Sin embargo, el porcentaje más práctico y preferible es 93% a 97% de urea y el resto de agua. Un contenido de urea por debajo del 93% implicaría una operación de desecación demasiado larga. En consecuencia las torres de granulación deben ser más altas para proporcionar un tiempo de permanencia más largo para formar una costra adecuada. Un contenido de urea sobre el 95% es también factible pero la temperatura necesaria para mantener la urea más agua en un estado líquido es más alta cuando el contenido de agua decrece.

Quando la temperatura de la solución de urea alcanza los 130° C. la urea que contiene empieza a descomponerse rápidamente para formar biuret y otros productos contaminantes diseminados desaminados. Además, de contaminar el producto final, los productos contaminantes bajarán también el contenido de nitrógeno disponi-

221399

ferior a 0,8 mm son difíciles de construir mientras los diámetros de más de 2,4 mm. forman gránulos demasiado grandes para la absorción eficaz de agua. Además, como se ha mencionado anteriormente, la longitud del caño de la tobera debe ser suficientemente larga para facilitar un chorro continuo de líquido. Esta longitud del caño es de 127 a 254 mm. preferiblemente de 152,4 a 204,2 mm.

Los chorros de material fundido son proyectados ascendientemente formando un ángulo con el plano horizontal que varía entre 30° y 60°. Una trayectoria plana requiere una presión más alta para la proyección, lo que ocasiona una proyección al azar de gotitas. La altura por término medio a que es proyectado el material fundido es generalmente de unos 3,048 a 3,657 m. No obstante, esto depende de la velocidad del chorro, la viscosidad de la solución, ángulo de la tobera etc.

Cuando el material granulado cae a través de la torre, pasa por una corriente ascendente de un gas inerte, tal como aire, oxígeno o nitrógeno, efectuando su recorrido a una velocidad preferible de 3,6 cm. a 1,80 m. por segundo. Si la velocidad del gas está muy por encima de 1,8 m por segundo, hay peligro de que se solidifique la solución en formas irregulares antes de que se formen los esferoides. Si la velocidad está muy por debajo de 3,8 cm. por segundo, la torre tendría que ser indebidamente extendida para obtener el secado re-

221399

querido. Es concebible que con una torre anormalmente alta la granulación puede ser llevada a cabo con contracorriente gaseosa que tiene un movimiento apenas perceptible. En el otro extremo de velocidad del gas el régimen podría ser aproximadamente el de la partícula que cae. Sin embargo, por razón de economía el régimen preferido dado más arriba ha resultado ser el más conveniente.

La temperatura del gas inerte de la contracorriente debe ser mantenida entre aquélla a la que el chorro de gotitas se solidifica y aquélla a la que ninguna solidificación de los gránulos tiene lugar. Este margen de temperaturas está comprendido entre 10° C y 37,7° C. Si se usa aire, la cantidad de humedad del aire que entra en la cámara es indiferente, aunque es preferible una atmósfera relativamente seca porque el tiempo de retención en el granulador podría ser algo más corto para una atmósfera seca. No obstante, si la atmósfera entrante por el extremo más bajo de la torre estuviese a unos 32,2° C y saturada de agua, el efecto no sería adverso. La razón de esta falta de importancia respecto al contenido de humedad de las corrientes de aire entrante se debe al hecho de que un aumento de 5° C que sería comunicado al aire por el material fundido entrante incrementaría la capacidad del aire para absorber agua en un grado mucho mayor que la cantidad de agua a quitar de tales materiales como urea o nitrato amónico para formar



221399

un gránulo endurecido.

Aunque la precedente descripción se ha referido a la urea, debe entenderse que el mismo procedimiento, con las modificaciones debidas a diferencias de tensión superficial y temperaturas de fusión, es aplicable también a la granulación de nitrato amónico, mezclas de nitrato amónico y fosfato amónico, etc., Cualquier experto en la técnica determinaría fácilmente las limitaciones necesarias para granular otras sustancias diferentes de urea.

El invento será además explicado por los siguientes ejemplos, pero no ha de ser entendido como limitado a ellos.

EJEMPLO 1.-

Este ejemplo explica la granulación de una solución de urea fundida de acuerdo con la precedente descripción. Se hicieron tres pruebas en las que se mantuvieron las siguientes condiciones de trabajo:

	Pruebas		
	<u>1</u>	<u>2</u>	<u>3</u>
Angulo de tobera	45°	45°	45°
Diámetro interno de la tobera	(0,8mm)	(0,8mm)	(0,8mm)
Longitud de la tobera	15 cm	15 cm	15 cm
Velocidad del aire	7,62 cm/seg	7,62 cm/seg	7,62 cm/seg



221399

Temperatura del aire	16,6° C seco 7,2° C hum.	18,3° C seco 7,2° C hum.	30° C seco 16,6° C hum.
Temperatura de la solución de urea	123,3° C	122,3° C	122,3° C
Presión de la urea	1,2654 kg/cm ²	1,0545 a 1,3357 kg/ cm ²	1,1951 a 1,6169 kg/ cm ²

5 En las tres pruebas fué lanzada una solución de urea a través de una tobera en una torre con contracorriente de aire en contacto. Los sólidos fueron recogidos en el fondo de la torre y analizados en cuanto al tamaño de grano. Los resultados están tabulados a continuación.

10	<u>Analisis de mallas del producto</u>	<u>Porcentaje en peso</u>		
		<u>Pruebas</u>		
		<u>1</u>	<u>2</u>	<u>3</u>
	+2,46	1.29	3,46	11.7
	- 2,46 a +1,39	69.24	56.42	57.8
	- 1,39 a +1,14	17.90	18.16	25.7
15	- 1,14 a +0,83	5,73	10.03	2.1
	- 0,83	5.84	11.93	2.7

EJEMPLO 2

Se hicieron tres pruebas con nitrato amónico según el método del Ejemplo 1. Las condiciones de trabajo fueron las siguientes:



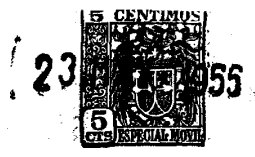
221399

		Pruebas		
		<u>1</u>	<u>2</u>	<u>3</u>
	Angulo de tobera	45°	45°	45°
	Diámetro interno de la tobera	0,8mm	0,8mm	0,8mm
5	Longitud de la tobera	15 cm	15 cm	15 cm
	Velocidad del aire	9,44 cm/seg	9,44 cm/seg	9,44 cm/seg
	Temperatura del aire	30° C ampolla seca	27,2° ampolla seca	23,3° C ampolla seca.
		20° C ampolla húmeda	24,4° C ampolla húmeda	22,7° C ampolla húmeda
10	Temperatura del nitrato amónico	137,7 a 140,5° C	140° C	137,7° C
	Presión del nitrato amónico	3,5kg/cm ²	3,5kg/cm ²	3,5kg/cm ²

El producto fué recogido y analizado. Este análisis está tabulado a continuación.

15	<u>Análisis de malla del producto</u>	<u>Porcentaje en peso</u>		
		Pruebas		
		<u>1</u>	<u>2</u>	<u>3</u>
	+2,46	0,8	2,0	0,4
	-2,46 a +1,39	54,6	50,3	65,7
20	-1,39 a +1,14	24,7	20,2	22,5
	-1,14 a +0,83	13,3	23,8	9,5
	-0,83	6,7	3,7	1,9

Además de las ventajas ofrecidas por el método del presente invento anteriormente mencionadas, quizás la ventaja principal resida en la economía con-



22 1 399

seguida en costes de equipo. Las torres usadas en este procedimiento son aproximadamente la mitad de altas que las torres usadas actualmente en la industria. Por ejemplo, en un reciente artículo sobre granulación de nitrato amónico publicado en INDUSTRIAL AND ENGINEERING CHEMISTRY, marzo de 1953, páginas 496-504, se describe una torre de 30,48 metros de altura y 6,096 metros de diámetro. Además la Patente norteamericana nº 2.382.298, a favor de Datin, describe una torre de 24,384 metros. En contraste con ello la granulación del presente invento se lleva a cabo en una torre que solo necesitará como máximo una altura de unos 12 metros. En realidad, una torre de unos 7,5 metros de altura llevaría a cabo con éxito las operaciones si se mantiene en la torre grandes velocidades de gas inerte. Para soportar este tipo de torre se necesitan cimientos más pequeños. De estas cifras se deduce que una sorprendente ventaja se consigue en ahorro de materiales de construcción usados en la torre necesaria para este invento. Los costes de trabajo son también menores con el método de nuestra invención porque el producto es más uniforme que el producto de las prácticas anteriores y es de esperar que las partículas demasiado finas o demasiado bastas serán refundidas menos veces con menos ciclos en las toberas de rociamiento.

Esta solicitud que corresponde a la formulada en los Estados Unidos de América el 26 de Abril de 1954 bajo el nº 425.362, se acoge a los beneficios del



22 1 3 9 9

artículos 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

- O - - N O T A - O -

5 Los puntos de invención propia y nueva
que se presentas para que sean objeto de esta solicitud
de Patente de Invención, en España, por VEINTE años, son
los siguientes:

10 1º.- Un método para la producción
de gránulos uniformes y estables en medio húmedo de un
fertilizante nitrogenado, caracterizado por el hecho de
que comprende calentar un fertilizante nitrogenado a una
temperatura ligeramente por encima de su punto de fusión,
proyectar el fertilizante fundido en dirección ascenden-
te a presión en chorros finos unidireccionales y poner en
15 contacto dichos chorros en contracorriente con un gas
inerte que se mantiene a una temperatura inferior a la
de dichos chorros.

20 2º.- Un método, según la reivindicación
1, caracterizado por el hecho de que el fertilizante fun-
dido es proyectado ascendentemente en ángulo agudo.



221399

3º.- Un método, según la reivindicación 1 o la reivindicación 2, caracterizado por el hecho de que el ángulo de proyección está comprendido entre 30º y 60º.

5 4º.- Un método, según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que el fertilizante fundido es proyectado a una presión efectiva de 1,05 a 4,2 Kg por centímetro cuadrado.

10 5º.- Un método, según cualquiera de las precedentes reivindicaciones, caracterizado por el hecho de que el fertilizante fundido es proyectado a través de una pluralidad de toberas alargadas de pequeños diámetros internos en la porción superior de una torre de tal modo que el chorro emitido continua en un chorro
15 unidireccional ininterrumpido hasta que se separa en gotitas, y dichas gotitas están en contacto con el gas inerte que es introducido en la parte inferior de la torre, siendo retirados los gránulos así formados de dicha porción inferior de la torre y secados después.

20 6º.- Un método, según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que el fertilizante es urea.

25 7º.- Un método, según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que el fertilizante es nitrato amónico.

8º.- Un método, según la reivindicación 6, caracterizado por el hecho de que la temperatura de



221399

la urea fundida está comprendida entre aproximada-
mente 112,7° C. y 130° C.

9°.- Un método, según la reivindica-
ción 7, caracterizado por el hecho de que la temperatu-
5 ra del nitrato amónico fundido es de 137,7° C a 140,5° C.

10 10°.- Un método, según las reivindica-
ciones 5 y 8, caracterizado por el hecho de que la urea
es calentada a 122,7° C. hasta fusión, y la urea fundida
es proyectada a una presión de 1,2654 Kg/cm² formando
un ángulo de 45°.

15 11°.- Un método, según las reivindica-
ciones 5 y 9, caracterizado por el hecho de que el ni-
trato amónico es calentado a una temperatura de 137,7° C.
hasta fusión, y el nitrato amónico fundido es proyecta-
do a una presión de 3,515 Kg/cm² formando un ángulo de
45°.

12°.- Un método para la producción de
gránulos uniformes y estables de fertilizantes.

20 Tal y como se ha descrito en la Memoria
que antecede, representado en el dibujo que se acompa-
ña y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de diecisiete hojas
escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 23 MAY. 1955

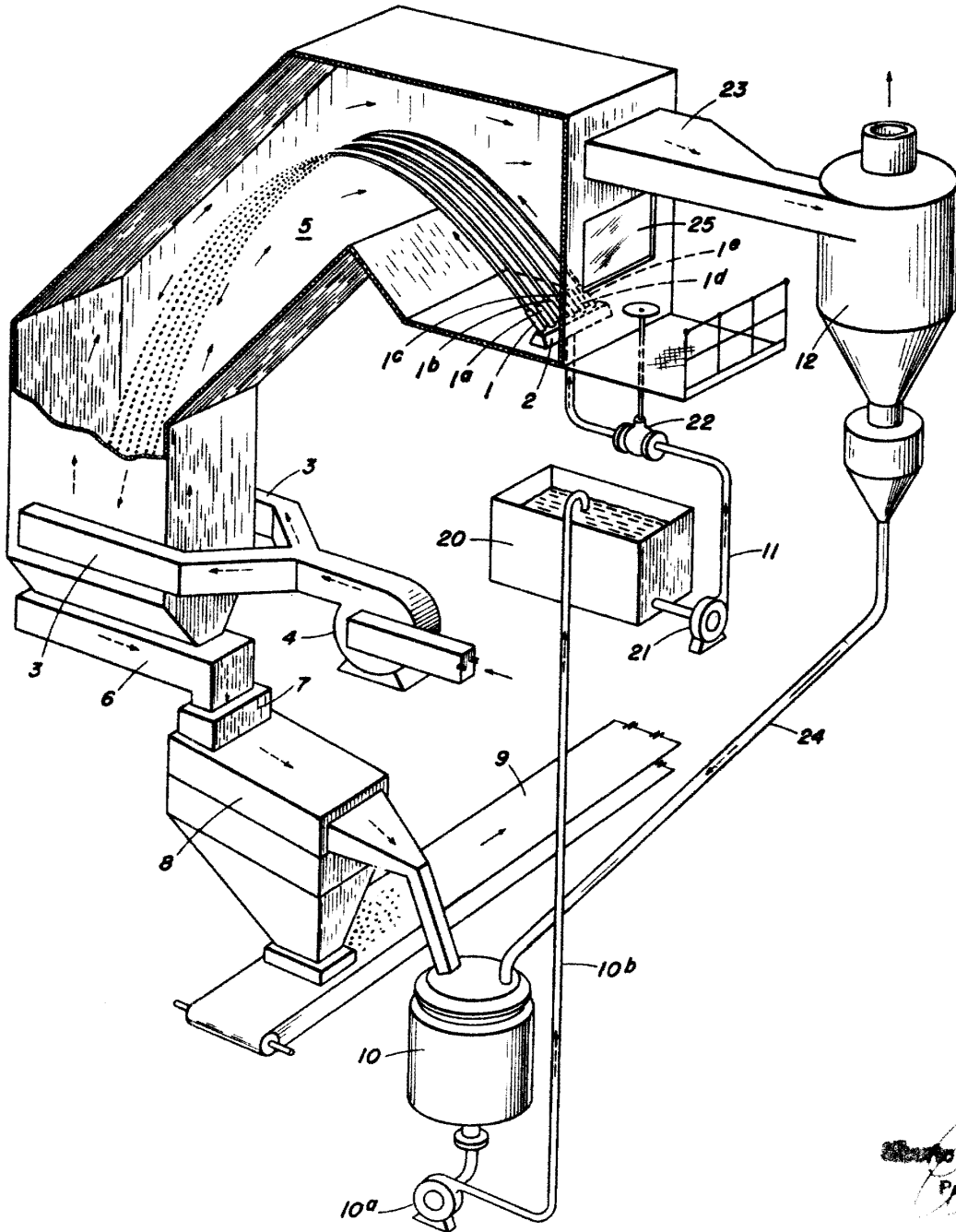
P. A.
Alberto de Ezaburu
Por Poder

221399

23



55



Wm. de Ezaburu
Pat. Pending