



320965

Nº 320.965

## MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

### PATENTE DE INVENCIÓN

SOLICITANTE: THE CHEMICAL AND INDUSTRIAL CORP.

RESIDENCIA: 256 McCullough Street, Cincinnati,

Ohio 45226, EE. UU.

ENUNCIADO: "PROCEDIMIENTO DE PRODUCCION DE

GRANULOS FERTILIZANTES"

Prioridad: Patente ..... n.º ..... del .....

320965



1

Esta invención se relaciona con un procedimiento para la producción de compuestos nitrogenados en forma granular. Está particularmente dirigida a la provisión de un procedimiento de producción de nitrato amónico, urea y compuestos nitrogenados análogos, en forma de gránulos caracterizados por su bajo contenido en humedad, su estructura física fuerte y dura, su elevada densidad volumétrica y escasa tendencia a empastarse.

5

10

15

20

25

30

Los procedimientos de producción de habas, gránulos o pastillas de nitrato amónico son bien conocidos y se encuentran en uso relativamente extendido. Los procedimientos conocidos incluyen aquellos en los que se pulveriza en la parte superior de una torre una solución acuosa concentrada, por ejemplo al 95%, de nitrato amónico o una masa fundida sustancialmente anhidra de dicho nitrato. Las gotas son enfriadas y se solidifican al sedimentarse a través de la torre a contracorriente respecto al flujo ascendente de gas refrigerante. Estos procedimientos son ejemplificados por las patentes estadounidenses nº 2.402.192, concedida el 18 de junio de 1946, y nº 2.934.412, concedida el 26 de abril de 1.960. Las habas recuperadas del anterior procedimiento han de enfriarse y secarse bajo condiciones cuidadosamente controladas para extraer humedad de los núcleos de las mismas sin destruir la estructura cristalina de los caparzones, y las habas recuperadas de este último procedimiento son porosas con deficientes características de solidez y presentan unas superficies vítreas que hace difícil de realizar su acondicionamiento.

Es sabido también que pueden producirse pastillas de fertilizantes en un granulador revistiendo partículas en mo-



320965

1 revimiento de fertilizante químico con una suspensión o solu-  
ción acuosa de fertilizante. Modificaciones de este tipo de  
procedimiento de revestimiento se exponen en la patente bri-  
tánica número 822.969, publicada el 4 de noviembre de 1.959,  
5 que describe un procedimiento en el que se pulverizan sobre  
una base granular soluciones de nitrato amónico, urea o una  
sal de urea en una concentración del orden del 83 al 94%, y  
en la patente británica nº 894.773, publicada el 26 de abril  
de 1.962, que describe un procedimiento en el que se producen  
10 mezclas fertilizantes revistiendo partículas de fertilizan-  
te con una suspensión acuosa que contiene una cantidad sus-  
tancial de sólidos fertilizantes.

Hemos descubierto que este tipo de procedimiento de  
"revestimiento" presenta también ciertas desventajas, parti-  
15 cularmente en la producción de pastillas de nitrato amónico,  
urea y otros materiales nitrogenados análogos. La temperatu-  
ra a la que puede calentarse el aire secador para el trata-  
miento del nitrato amónico, por ejemplo, está limitada por  
el bajo punto de fusión de las partículas y por la fase lí-  
20 quida presente que tiende a debilitar los núcleos revestidos.  
Se produce una sustancial desintegración de las pastillas si  
son cernidas mientras están calientes. Hemos descubierto tam-  
bién en la producción de pastillas de nitrato amónico que  
las pastillas producidas por pulverización de una solución -  
25 acuosa concentrada en un gas caliente y sobre núcleos de ni-  
trato amónico tienden a ser demasiado débiles para su distri-  
bución de tamaños mediante cernido, aun cuando contengan tan  
solo un 0,35% de humedad cuando su temperatura es superior -  
a 80°C. El mantenimiento de la temperatura del producto por  
30 debajo de 80°C limita la cantidad de fase líquida que puede

320965



1 tolerarse en la capa de núcleos y hace necesario el uso de  
un recipiente granulador mucho mayor que el requerido para  
el mismo ritmo de producción de otros tipos de pastillas fer-  
tilizantes que tienen un punto de fusión superior al del ni-  
5 trato amónico.

Hemos descubierto que las desventajas en la explota-  
ción de los procedimientos conocidos y en las característi-  
cas de las pastillas de nitrato amónico, urea y pastillas ni-  
trogenadas análogas producidas por estos procedimientos, pug-  
10 den vencerse mediante el procedimiento de la presente inven-  
ción.

Este procedimiento comprende las operaciones de for-  
mar y mantener una capa de partículas sólidas en movimiento  
de un compuesto nitrogenado tal como nitrato amónico ó urea  
15 en un recipiente giratorio que presenta una zona granulado-  
ra horizontalmente alargada en la que se llevan a cabo el re-  
vestimiento de las partículas y el enfriamiento de las partí-  
culas revestidas, y una zona refrigerante horizontalmente --  
alargada, el avance de las partículas longitudinalmente a --  
20 través de dicha zona granuladora, la continua elevación de -  
partículas sólidas de la citada capa a la parte superior de  
dicha zona granuladora y la liberación de las partículas só-  
lidas elevadas de manera que caigan en cascada a través de -  
tal zona granuladora, a modo de cortina continua de partícu-  
25 las sólidas extendida en toda la longitud de la zona grana-  
ladora hasta dicha capa, la pulverización de una masa fundida  
sustancialmente anhidra de dicho compuesto nitrogenado a una  
temperatura de 5 a 25°C por encima de su temperatura de orig-  
talización, sobre la citada capa contenida en dicha zona gra-  
30 nuladora y en la cortina de partículas sólidas del compuesto

320965



1 nitrogenado que cae continuamente en cascada sobre dicha ca-  
pa ordenada en la zona granuladora, el contacto simultáneo  
de las partículas que caen continuamente en cascada con una -  
corriente de aire refrigerante que pasa a contracorriente --  
5 respecto a la dirección de avance de las citadas partículas  
para solidificar el revestimiento aplicado sobre ellas, el -  
paso de las partículas sólidas revestidas desde dicha zona -  
granuladora a la zona refrigerante y a través de esta última  
a contracorriente respecto a un flujo de aire refrigerante,  
10 y la retirada de partículas sólidas enfriadas de dicha zona  
refrigerante.

Entre los objetos del procedimiento figuran la obten-  
ción, como producto, de gránulos de nitrato amónico, urea ó  
material nitrogenado análogo, de bajo contenido en humedad,  
15 de estructura física fuerte y dura, y de un tamaño de partí-  
culas superior y más estrechamente clasificado que el obte-  
nible en los procedimientos existentes, entre -6 mallas (Ty-  
ler, abertura de criba de 0,131 pulgada (0,00332 mm)) a 14  
mallas (Tyler, abertura de criba de 0,046 pulgada (0,00116  
20 mm)), y preferiblemente de -6 a 110 mallas (Tyler, abertura  
de criba de 0,065 pulgada (0,00165 mm.)).

Puede conseguirse una comprensión del procedimiento  
de esta invención mediante la siguiente descripción a la que  
no se limita el ámbito del procedimiento, con referencia a -  
25 los adjuntos dibujos, en los cuales:

La figura 1 es una lámina de operaciones sucesivas de  
un procedimiento global para la producción de gránulos de un  
compuesto nitrogenado, en la que el procedimiento de esta in-  
vención se incorpora como una operación.

30 La figura 2 es un alzado, en sección y en perspectiva,

320965



1 de una versión preferida de un aparato giratorio de granulación y refrigeración.

La figura 3 es un alzado terminal del aparato granulador y refrigerante ilustrado en la figura 2; y

5 La figura 4 es una vista detallada y ampliada de un elemento elevador.

Caracteres de referencia análogos se refieren a partes similares a lo largo de la descripción de la invención y de los dibujos.

10 Con referencia a las figuras 2 y 3 de los dibujos, el número 10 indica el recipiente granulador-refrigerante giratoriamente sustentado sobre ruedas de rodillos encerradas en las cajas 11 y accionadas por un motor a través de un tren de engranajes de reducción de velocidad, no mostrado, el último de los cuales se acopla al engranaje anular 14 que circunda al recipiente. Este es un tambor cilíndrico y alargado, montado para su rotación alrededor de su eje longitudinal, -  
15 que está inclinado respecto a la horizontal con un ángulo de 1 a 3 grados.

20 El recipiente giratorio 10 puede formarse mediante una cápsula de acero que se divide transversalmente por la anilla de retención 15 en la cámara de granulación A y la cámara de refrigeración B. La cámara de granulación A encierra una zona de granulación horizontalmente alargada en la que se ponen  
25 simultáneamente en contacto partículas de un compuesto nitrogenado con dicho compuesto en forma fundida, pulverizada y -- sustancialmente anhidra, y aire refrigerante; la cámara refrigerante B encierra una zona de refrigeración horizontalmente alargada. El recipiente puede ponerse en rotación a una velocidad de 4 a 12 rpm.  
30

320965



1

Aunque el funcionamiento del presente procedimiento - se describe más adelante con detalle y con particular referencia a la producción de nitrato amónico en forma granular, se comprenderá que esta descripción es solo ilustrativa y -- que el procedimiento puede emplearse también ventajosamente en la producción de urea y análogos compuestos nitrogenados en forma granular, adecuada para su empleo como fertilizantes, alimentos para animales y/o productos químicos industriales.

5

10

El conducto 20 para la introducción de partículas sólidas finamente divididas de nitrato amónico se dispone en el extremo de entrada de la cámara granuladora A. La tubería 21 de alimentación de pulverizado se extiende a través de -- una abertura central 24 situada en el extremo de entrada hasta la citada cámara granuladora y se conecta a una fuente de nitrato amónico fundido y sustancialmente anhidro. La tubería de alimentación de pulverizado está provista de una ó más toberas, no mostradas, desde las cuales se pulveriza nitrato amónico fundido en forma de finas gotas que inciden sobre -- partículas que caen en cascada y sobre partículas en capa situadas en la zona de los elevadores que salen de la capa en movimiento inclinada. Unas barras elevadoras 22 van aseguradas a la pared interior de la cámara granuladora desde un -- punto adyacente, pero espaciado, respecto al extremo de entrada, hasta un punto adyacente, pero espaciado, respecto al anillo de retención 15. La cámara refrigerante B está equipada también de barras elevadoras. Se dispone una pendiente de caída 31 en el extremo de salida del granulador-refrigerador para descargar gránulos enfriados desde la cámara refrigerante B.

15

20

25

30



320965

1

Se introduce aire en la cámara refrigerante B por el extremo de descarga de los gránulos a temperatura ambiente - y se descarga a través del conducto 23 situado en el extremo de alimentación del granulador-refrigerador. En la presente solicitud, el aire a temperatura ambiente se refiere al aire a la temperatura de la atmósfera que rodea al equipo de tratamiento o del edificio que lo contiene.

5

10

El compuesto nitrogenado fundido y sustancialmente anhídrico, tal como nitrato amónico ó urea, requerido para el presente procedimiento, puede obtenerse por cualquier medio conveniente. Sin embargo, en la realización del procedimiento global para la producción de nitrato amónico, por ejemplo como se ilustra esquemáticamente en la figura 1, se prepara una solución acuosa de nitrato amónico en el reactor 40 de acuerdo con la práctica convencional. Esta solución se pasa al evaporador o serie de evaporadores, indicado por el número 41, en el que se incrementa la concentración en nitrato amónico al 98% por lo menos y preferiblemente por encima del 99%, de nitrato amónico. Es decir, la solución acuosa de nitrato amónico se convierte en una masa fundida sustancialmente anhídrica de nitrato amónico. El evaporador 41, que puede ser del tipo de película convencional, y la tubería dirigida a la cámara de granulación, se mantienen a una temperatura prudentemente superior al punto de fusión del nitrato amónico, de manera que la masa fundida de este pasada a la tubería 21 de alimentación de pulverizado se encuentre en condición fluida.

15

20

25

30

Los gránulos de nitrato amónico descargados del recipiente 10 son pasados a una unidad cribadora convencional 43 en la que los gránulos son separados en los tamaños deseados



320965

1 superior al normal e inferior al normal. Los gránulos de ta  
maño de producción son pasados al refrigerador suplementario  
42 y los gránulos enfriados pueden pasarse a una unidad acondi-  
5 cionadora para su revestimiento con un acondicionador, tal  
como diatomita.

El aire refrigerante introducido a través del reci-  
10 piente 10 y del refrigerador suplementario 42 se pasa a los  
separadores de polvo 44, tales como unos depuradores húmedos  
en los que los finos de nitrato amónico arrastrados son sepa-  
rados antes de la descarga del aire a la atmósfera.

El recipiente 10 granulador-refrigerador empleado en  
los ensayos que se describen con detalle más adelante, tenía  
15 8,5 pies (2, 5 m) de diámetro exterior, 45 pies (13,7 m) de  
longitud, con una inclinación respecto a la horizontal de -  
0,41 pulgada por pie (0,104 mm. por metro), descendentemen-  
te desde el extremo de alimentación al extremo de descarga.  
Se puso en rotación a razón de 4 rpm. en dirección contraria  
a la de las agujas del reloj, considerada desde el extremo -  
de alimentación. El anillo de retención 15 estaba situado a  
20 16 pies (4,8 m) del extremo de alimentación y extendido 2 -  
pies (0,6 m) perpendicularmente a la pared. Se dispusieron  
en las cámaras granuladora y refrigerante unos elementos ele-  
vadores uniformemente espaciados del tipo ilustrado en la fi-  
gura 4.

25 En la siguiente descripción del funcionamiento del --  
procedimiento, el término "núcleos" incluye partículas de ni-  
trato amónico, urea y compuestos nitrogenados análogos que -  
sean menores que el mínimo tamaño del producto deseado, es -  
decir inferiores a 0,065 pulgada (0,00165 mm.) de diámetro,  
30 pero no lo suficientemente pequeños para ser normalmente --

320965

-7



1       arrastrados con el gas refrigerante de salida. Las partículas  
las más densas arrastradas con el gas refrigerante que pasa  
desde la zona granuladora son recuperadas en la recámara 46  
y descargadas a través de la abertura de tolva 46 para su  
5       recirculación a la zona de granulación, como se muestra en  
la figura 1. Las partículas más ligeras arrastradas con el  
gas refrigerante y transportadas más allá de la recámara 46  
son recuperadas en el separador 44 y redisueltas en la solu-  
ción acuosa que pasa a los evaporadores.

10       Recuperando el material más denso en la recámara y  
devolviéndolo directamente a la zona granuladora, se reduce  
la carga en el separador 44 y se mantiene en un mínimo la -  
cantidad de material a redissolver. Las partículas más lige-  
ras no deben devolverse directamente a la zona granuladora,  
15       naturalmente, pues serían arrastradas de nuevo rápidamente  
con el gas refrigerante.

20       Las fuentes preferidas de los núcleos son las partí-  
culas de tamaños inferior y superior al normal recuperadas  
de la unidad cribadora 43 junto con los finos de la recáma-  
ra. Las partículas de tamaño inferior al normal se ilustran  
en la figura 1 pasando directamente al conducto de alimenta-  
ción 20. Preferiblemente, por lo menos una porción de las -  
partículas de tamaño superior al normal se introduce en el  
tritador 45 y las partículas trituradas son combinadas con  
25       las de tamaño inferior al normal y pasadas a la entrada de ali-  
mentación 20. Las partículas de tamaño superior al normal -  
y no trituradas son redisueltas. En la producción de nitra-  
to amónico, las partículas de tamaño superior al normal y no  
trituras son de nitrato amónico y se redisuelven en solu-  
30       ción acuosa de nitrato amónico que pasa a la operación de --



320965

1 evaporación mostrada en la figura 1. Análogamente, en la pro-  
ducción de urea, las partículas de urea de tamaño superior al  
normal y no trituradas son redisueltas en solución acuosa de  
urea que pasa a la operación de evaporación.

5 Los finos de la recámara se originan en el extremo de  
entrada del recipiente 10 como resultado del flujo a contra-  
corriente de aire refrigerante que descarga desde la cámara  
granuladora A transportando partículas bastas, de tamaño de  
10 producto y finas barridas de la cortina de núcleos que caen  
en cascada y finos producidos por los pulverizados y por --  
atracción. Las partículas muy finas son retiradas a través --  
del conducto 23 mediante el flujo de aire refrigerante proce-  
dente del recipiente 10 y son recuperadas en el depurador 44.  
15 Las partículas restantes se sedimentan en la recámara y son  
recogidas sobre una cinta transportadora, no mostrada, y re-  
circuladas al conducto de alimentación 20, como se designa  
por el número 48 en la figura 1.

20 Estas partículas finamente divididas, el material de  
tamaño inferior al normal, el material de tamaño superior al  
normal y triturado y los finos de la recámara, junto con los  
núcleos ya revestidos, forman la capa rodante y la cortina -  
descendente en la zona de contacto. Las partículas de tamaño  
superior al normal que exceden de la cantidad requerida para  
25 los núcleos pueden disolverse y devolverse a los evaporado-  
res 41.

30 El volumen de la zona de granulación ocupada por la  
capa rodante ó el grado de llenado, que regula la cantidad  
permisible de fase líquida en la capa, se controla mediante  
varios factores tales como el tamaño, grado de inclinación  
respecto a la horizontal y ritmo de rotación de la cámara -

320965



1 granuladora y la eficacia de los elementos elevadores 22, el  
ritmo de producción, la temperatura de la masa fundida y la  
capacidad de separación de calor del aire refrigerante.

5 En el funcionamiento del procedimiento, se mantiene  
una capa de volumen deseado en la cámara granuladora, A. Las  
partículas individuales que constituyen la capa son avanza-  
das a través de la cámara A en estado constantemente móvil  
debido a la rotación del aparato. Los elementos elevadores  
llevan núcleos a la región superior de la zona granuladora,  
10 donde son soltados en cascada hasta el fondo, formando de -  
hecho una lluvia o cortina continua de partículas individua  
les destinadas a llenar todo lo posible el área transversal  
de la zona granuladora en toda la longitud de la citada cá-  
mara granuladora.

15 El compuesto nitrogenado fundido y sustancialmente an  
hidro se pulveriza en forma de gotas fundidas en estas llu-  
vias de núcleos y parte de la masa fundida pulverizada se ad  
hiere y reviste las partículas sólidas al caer. La mayor par  
te de la masa fundida pulverizada se adhiere y reviste a las  
20 partículas sólidas en la superficie de la capa móvil. El re-  
vestimiento líquido se distribuye adicionalmente sobre las  
partículas de la capa debido a la acción rodante de contacto.

25 La pulverización de la masa fundida para formar un --  
pulverizado uniforme sobre un área superficial considerable  
a los ritmos necesarios de producción, ha demostrado ser im-  
portante en el funcionamiento del procedimiento de granula-  
ción para la producción de gránulos de tamaños uniformemente  
distribuidos y dotados de las deseadas características físi-  
cas. Una excesiva pulverización de la masa fundida tiene por  
30 resultado la excesiva producción de finos que no se granulan,

320965



1 mientras que una pulverización insuficiente de la masa fundi  
da tiene por resultado la formación de grandes gotas que hu-  
medecen excesivamente la superficie de los núcleos y causan  
aglomeración de las partículas. Es deseable que la fuente de  
5 pulverización de la masa fundida se situe a una distancia óp-  
tima predeterminada, por ejemplo de 10 a 14 pulgadas (25,4  
a 35,5 cm) de la capa en granulación. Si la fuente de pulve-  
rización está demasiado lejos de la superficie de la capa,  
la masa fundida se congelará prematuramente y causará la so-  
10 lidificación de las gotas de pulverizado o tendrá por resul-  
tado la producción de un material irregularmente configurado,  
debido a la aplicación de un revestimiento desigual. Inversa-  
mente, si la fuente del pulverizado está demasiado cerca de  
la capa, la densidad del pulverizado, es decir los galones -  
15 por pie cuadrado por minuto, será excesiva y causará la aglo-  
meración y fusión de los núcleos.

Hemos observado que la concentración y temperatura de  
la masa fundida pulverizada son importantes. La masa fundida  
deberá contener por lo menos un 98% del compuesto nitrogena-  
20 do. A concentraciones inferiores, es difícil, si no imposi-  
ble, evitar una aglomeración incontrolable de núcleos y una  
elevada carga de polvo en recirculación a un ritmo de produ-  
cción practicable. Preferiblemente, la concentración será por  
lo menos del 99%, por ejemplo del (99 al 99,5%. Unas concen-  
25 traciones superiores al 99,6% son más costosas de preparar -  
en los evaporadores y no son necesarias.

Las masas fundidas de nitrato amónico y urea se pulve-  
rizan a una temperatura de 5 a 25°C y preferiblemente de 10°C  
por encima de sus temperaturas de cristalización. Surgen di-  
30 ficultades de explotación si la temperatura de la masa fundi-

320965



1 da queda fuera de estos valores. Por ejemplo, es esencial -  
un control de temperatura muy cuidadoso a todo lo largo de -  
los conductos de alimentación del pulverizado, a fin de evi-  
5 tar la solidificación de la masa fundida a temperaturas in-  
feriores a los valores citados, siendo también esencial que  
el material pulverizado permanezca en estado líquido el tiem-  
po suficiente para revestir uniformemente a los núcleos. Con  
temperaturas de masa fundida superiores a los valores señala-  
dos, aparte del calentamiento y enfriamiento innecesarios re-  
10 queridos, se produce una aglomeración incontrolable en la zo-  
na de granulación. Por ejemplo, una masa fundida que contenga  
un 98% de nitrato amónico tiene una temperatura de cris-  
talización de 149°C. Por consiguiente, la masa fundida debe-  
rá pulverizarse a una temperatura de 154°C por lo menos y pre-  
15 feriblemente de 159°C. Análogamente, una masa fundida que con-  
tenga un 99,5% de nitrato amónico tiene una temperatura de -  
cristalización de 163°C y deberá pulverizarse a una tempera-  
tura de 173°C. Los pulverizados se disponen, naturalmente,  
de manera que cubran toda la longitud de la zona de granula-  
20 ción y se dirigen preferiblemente hacia los elevadores cubier-  
tos por la capa rodante y las partículas en cascada, para --  
evitar un contacto del líquido con los elevadores desnudos.

Se introduce aire refrigerante a temperatura atmosférica,  
por ejemplo de 5 a 30°C, en la cámara refrigerante B,  
25 cuyo aire fluye al interior y a través de la cámara granula-  
dora A a contracorriente respecto a la dirección de avance  
de la capa de partículas sólidas. El ritmo de flujo del aire  
refrigerante se regula para proporcionar el efecto refrigeran-  
te necesario para solidificar los revestimientos de masa fun-  
30 dida pulverizada sobre los núcleos en el tiempo requerido pa-

320965



1 ra evitar la aglomeración de las partículas después de haber  
se efectuado un revestimiento uniforme. Hemos observado que  
el aire que penetra en la cámara de granulación A a 45-80°C  
y sale de dicha cámara a 60-90°C proporciona una granulación  
5 óptima y permite la descarga de la cámara refrigerante B de  
los gránulos a una temperatura de 40 a 70°C y preferiblemen-  
te de 40 a 60°C. Durante el ensayo indicado en los siguien-  
tes ejemplos, para un peso total de descarga del refrigera-  
dor de 180 toneladas de nitrato amónico granulado por día,  
10 de las que se recuperaron 60 toneladas por día de gránulos  
producto dentro de una gama de tamaños estrecha y predeter-  
minada, se suministró aire a temperatura atmosférica, 17°C  
a razón de 6.000 pies cúbicos standard por minuto (0,0°C y  
15 760 mm de mercurio de presión). El requisito de la refrigera-  
ción para el revestimiento en película de masa fundida anhi-  
dra sobre los núcleos se determina por el sensible contenido  
en calor de la masa fundida que rebasa su temperatura de --  
cristalización y el calor liberado al tener lugar la crista-  
lización. Por ejemplo, el calor de cristalización de nitrato  
20 amónico al 99,5% es de 31 BTU por libra o 17,2 calorías por  
gramo.

La finalidad del aire refrigerante en la zona de gra-  
nulación es separar el calor del nitrato amónico, causando -  
así su solidificación y endurecimiento. La mayor parte de la  
25 escasa cantidad de vapor de agua que puede encontrarse presen-  
te en la masa fundida se evapora al solidificarse la masa fun-  
dida, proporcionando el contenido en calor de dicha masa fun-  
dida la energía necesaria para la evaporación. Todo vapor de  
agua formado es retirado del tambor con el gas refrigerante.  
30 Sin embargo, el gas no proporciona calor para la evaporación



320965

1 de humedad pues el gas está siempre mucho más frío que la ma  
sa fundida pulverizada. Como se indica anteriormente, la tem  
peratura máxima del gas es de 90°C y la temperatura mínima -  
5 de la masa fundida pulverizada es de 154°C, una diferencia  
de 64°C. La temperatura del gas es por consiguiente siempre  
mucho más baja, por lo menos 60°C menor, que la temperatura  
del revestimiento fundido pulverizado sobre los núcleos.

Los resultados más efectivos de la pulverización de -  
la masa fundida y de la refrigeración, conseguidos por el --  
10 flujo de aire que penetra en el procedimiento a temperatura  
ambiente, se obtienen si el diseño de los elevadores de la -  
cámara granuladora es tal que la distribución de partículas  
es cascada sea tan uniforme como sea posible en todo el área  
15 transversal vertical de la zona granuladora, reduciendo así  
la "canalización" del gas refrigerante a un mínimo. La impor  
tancia de la refrigeración en el presente procedimiento pue  
de apreciarse por el hecho de que los gránulos son pasados -  
directamente desde la zona de granulación a la zona de refri  
geración y esta última es de longitud por lo menos igual y -  
20 hasta el doble de la de la zona granuladora. La cámara granu  
ladora que encierra a la zona granuladora es solo una sección  
de un recipiente giratorio separado en dos secciones conti--  
guas por el anillo de retención 15 que ayuda a asegurar una  
profundidad adecuada de la capa de núcleos para el tratamien  
25 to de revestimiento. El anillo de retención 15 está formado -  
preferiblemente por dos o más tiras anulares de diámetro de  
creciente y cada tira anular está formada por sectores sepa  
rables que pueden atornillarse o fijarse de otro modo entre  
sí y a los sectores de otras tiras anulares. De esta manera  
30 la anchura del anillo de retención 15, es decir la distancia

320965



1 en que se extiende el anillo hacia el interior desde la pared  
del recipiente giratorio 10, puede cambiarse para permitir --  
unos correspondientes cambios en la profundidad de la capa de  
núcleos y controlar así el tiempo de retención de dichos nú-  
5 cleos dentro de la zona granuladora. Los gránulos descargados  
de la zona refrigerante son cribados y los gránulos producto,  
es decir los gránulos incluidos dentro de la deseada gama de  
tamaños, son pasados a un refrigerador suplementario para su  
enfriamiento a 25°C antes de su acondicionamiento y embolsa-  
10 miento.

Los siguientes ejemplos ilustran los resultados obtenidos en la explotación del procedimiento de esta invención.

EJEMPLO 1

15 El circuito anteriormente descrito y provisto del refrigerador suplementario 42 situado antes de la unidad cribadora 43, se utilizó durante un periodo de 10 días, durante el cual la producción alcanzó un máximo de 50 a 60 toneladas por día de gránulos de nitrato amónico producto, de la gama de tamaños aproximadamente igual a la indicada en la tabla 3.  
20 El peso de la capa durante la realización de este ejemplo era de 9.000 libras (4.083 kgs). La relación entre partículas recirculadas de nitrato amónico de tamaños inferior y superior al normal y partículas incluidas en la gama de tamaños predeterminada arrojó un promedio de 1,8:1, es decir 1,8 toneladas de partículas recirculada por tonelada de gránulos producto  
25 incluidos dentro de la gama predeterminada de tamaños.

Los datos expuestos en las tablas 1 y 2 siguientes son ilustrativos de periodos de operación razonablemente estables. Se emplearon en el ensayo toberas pulverizadoras de diseño cónico completo del tipo inyector "Fulljet" (Spraying Systems  
30

320965



1

Company), con orificio de  $13/64$  de pulgada (5,15 mm.).

5

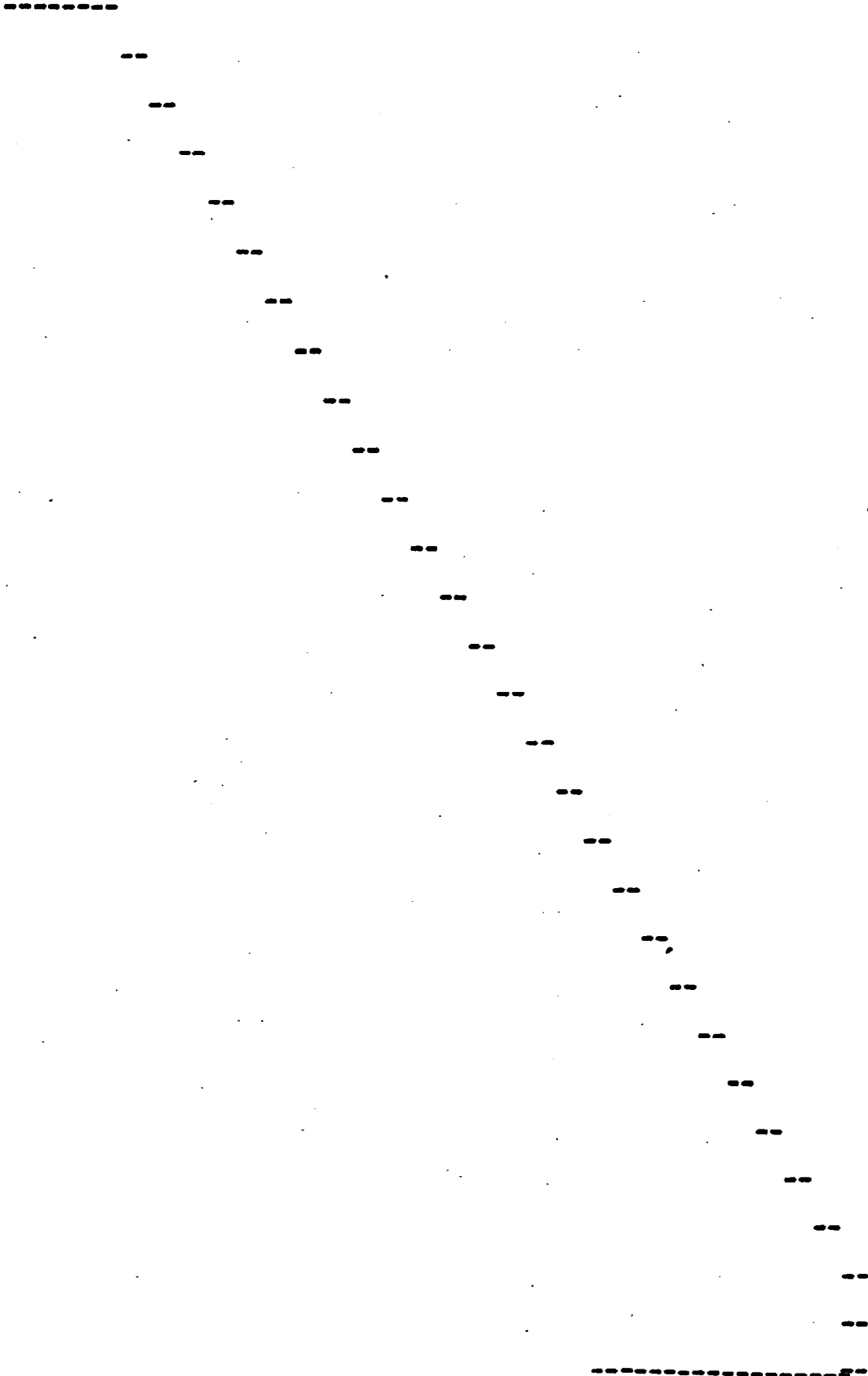
10

15

20

25

30





320965

EJEMPLO 2

1

Se tomaron muestras de producto de la anterior operación y se compararon con muestras de nitrato amónico en habas comercialmente obtenible y producido en dos diferentes plantas de torre pulverizadora convencionales. Se efectuaron comparaciones sobre la base de densidad volumétrica, análisis de cribado, esfericidad (determinada por el porcentaje de partículas que rodaron desde arriba a abajo por un plano inclinado), dureza y tendencia a aglomerarse (ensayo a corto plazo solamente).

5

10

Los resultados, que se tabulan seguidamente, mostraron que los granulos producidos por el presente procedimiento (a) tienen una densidad volumétrica superior a la de las habas, permitiendo así el uso de bolsas menores para su envasado, (b) pueden obtenerse en mayores tamaños que los obtenidos por el procedimiento de formación de habas, (c) son generalmente esféricos y admiten una favorable comparación con el producto en habas a este respecto, (d) son individualmente más duros que las habas de nitrato amónico, y (e) tienen menos tendencia a aglomerarse que las habas de nitrato amónico.

15

20

Las perfeccionadas características físicas de los granulos de nitrato amónico producidos por el presente procedimiento, respecto a las de las habas producidas por el procedimiento de pulverización convencional, se ilustran en la tabla 3.

25

30

-----  
 --  
 --  
 -----

320965



TABLA 3

1

5

10

15

20

25

30

	<u>Presente</u> <u>procedimiento</u>	<u>Procedimiento convencional</u> <u>Haba de la</u> <u>planta A</u>		<u>Haba de la</u> <u>planta B</u>
Densidad volúmetrica libras/pie cúbico (kgs./metro cúbico)	53,7 (865)	48,8 (784)	47,7 (768)	
<u>Análisis de cribado</u> (en porcentaje)	<u>Mallas</u>	<u>%</u>	<u>%</u>	<u>%</u>
criba Tyler standard	16	0,4	-	-
	48	51,5	0,3	1,2
	110	94,7	58,5	54,3
	112	97,1	78,5	74,7
	114	98,9	93,4	88,7
	120	99,7	98,5	96,6
	128	99,8	99,2	98,8
	135	99,9	99,5	99,6
	1100	99,9	99,7	99,8
	-100	0,1	0,3	0,2

Esfericidad

(porcentaje de partículas de -8 mallas (0,093 pulgada) (0,00236 mm.) a 10 mallas (0,065 pulgada) (0,00165 mm.) que ruedan hasta el fondo del plano inclinado).

17,5 (449 mm)	21,4 (543,5 mm)	9,0 (228,6 mm)
------------------	--------------------	-------------------

Dureza

(peso en gramos para triturar un 50% de partículas del ensayo de esfericidad)

1840	750	1060
------	-----	------

Aglomeración

Resistencia a la rotura del aglomerado, libras (kgs.)  
% nivel de revestimiento con diatomita

22 <sup>1</sup> / <sub>6</sub> (9,9 <sup>1</sup> / <sub>2</sub> ,7)	46 <sup>1</sup> / <sub>6</sub> (20,8 <sup>1</sup> / <sub>2</sub> ,7)	37 <sup>1</sup> / <sub>6</sub> (16,7 <sup>1</sup> / <sub>2</sub> ,7)
2,5	2,7	3,9

NOTA: La adherencia de la adición de diatomita a gránulos - producidos por el presente procedimiento, de hasta un 3% inclusive, es buena.

320965



1

Las partículas cribadas, de tamaño inferior al normal y de tamaño superior al normal y trituradas, se añaden continuamente por el extremo de alimentación y se agrega nitrato amónico fundido por medio de la pulverización fundida. Los gránulos revestidos avanzan continuamente hacia el anillo de retención 15, sobre el que pasan, hasta la cámara refrigeradora B y, después de pasar a través de esta cámara, se descargan los gránulos del granulador-refrigerador para su ulterior tratamiento.

5

10

De la manera descrita detalladamente antes, con referencia a la producción de nitrato amónico, pueden producirse gránulos de urea pulverizando una masa fundida sobrecalentada de urea sustancialmente anhidra a una temperatura de 5 a 25°C y de 10°C preferiblemente, por encima de su temperatura de cristalización, sobre una capa y en una cortina de partículas de urea sólidas, al tiempo que se ponen simultáneamente en contacto las partículas y la masa fundida con una corriente de aire refrigerante. Como en el caso del nitrato amónico, la masa fundida de urea se pulveriza a una concentración del 98% por lo menos y preferiblemente del 99% por lo menos de urea, por ejemplo del 99 al 99,5% de urea. Normalmente, el aire a temperatura ambiente es satisfactorio a efectos de refrigeración, pero puede emplearse, si se desea, aire artificialmente enfriado.

15

20

25

El siguiente ejemplo ilustra los resultados obtenidos en la realización del presente procedimiento para la producción de urea granular.

### EJEMPLO 3

30

Se empleó un aparato granulador-refrigerador del tipo ilustrado en la figura 2 para la producción continua, durante

320965 -1



1 un periodo de 24 horas, de 1/3 de tonelada por hora de gránulos de urea dentro del tamaño deseado de -7 a 18 mallas (criba Tyler Standard), es decir de 0,11 pulgada (0,027 mm) de diámetro.

5 El granulador-refrigerador 10 tenía 25 pies (7,6 m.) de longitud y 5 pies (1,5 m.) de diámetro, con una inclinación de 0,25 pulgada (0,063 mm) por pie de longitud hacia el extremo de descarga. Esta unidad giraba a 5,2 revoluciones por minuto. El anillo de retención 15 que separaba la cámara granuladora A de la cámara refrigeradora B se colocó a 9 pies  
10 (2,7 m.) del extremo de alimentación de la cámara A y se extendió en 14 pulgadas (355,6 mm) hacia el interior desde la pared de la cámara. Se dispusieron en la cámara granuladora A unos elevadores similares a los empleados en la producción  
15 de nitrato amónico granular descrita con detalle anteriormente. El peso de las partículas de urea contenidas en la cámara A era de una tonelada.

20 Una tubería 21 de pulverización con una pequeña cantidad de vapor de agua, proyectada al interior del extremo de entrada de la cámara A, pulverizó urea fundida y sustancialmente anhidra a razón de 1,2 galnes por minuto sobre la superficie de la capa rodante y en la cortina descendente de partículas en la cámara A. Se introdujo aire ambiente a un ritmo correspondiente a 1800 pies cúbicos (50,9 metros cúbicos)  
25 por minuto a MP por el extremo de descarga de los gránulos de la cámara refrigerante B y se pasó a través del granulador refrigerador a contracorriente respecto al desplazamiento de las partículas de urea. El aire refrigerante se descargó del granulador-refrigerador en un depurador húmedo tipo Doyle para recuperar los finos de urea y se descargó luego a la atmósfera

320965



1 fera. No se empleó refrigerador suplementario.

5 Los gránulos de urea descargados del granulador-refri-  
gerador se cribaron y los gránulos que tenían un tamaño de  
0,11 pulgada (0,027 mm) es decir los que pasaban a través de  
una criba de 7 mallas y eran retenidos en una criba de 8 ma-  
10 llas, se recogieron para su acondicionamiento y embolsado co-  
mo producto. El material de -9 mallas fue recirculado direc-  
tamente a la cámara granuladora. El material de 17 mallas fue  
triturado en un triturador de rodillos y el resultante mate-  
rial fino fue recirculado. La relación entre material recir-  
culado y producto fue de 6:1.

15 Los datos expuestos en la siguiente tabla 4 se refie-  
ren a la producción de urea tal como se describe anteriormen-  
te con referencia al ejemplo 3 y corresponden a los datos pre-  
sentados en la tabla 1, relacionados con la producción de ni-  
trato amónico. Análogamente, los datos de la tabla 5 se rela-  
cionan con las características físicas de urea producida de  
acuerdo con el ejemplo 3 y corresponden a los datos sobre ni-  
trato amónico expuestos en la tabla 3, como se describe en el  
20 anterior ejemplo 2. Se observará por el análisis de cribado  
de la tabla 5 que todos los gránulos de urea corresponden a  
la gama de tamaños de -6 a 114 mallas (es decir de 0,131 pul-  
gada (0,00332 mm) a 0,046 pulgada (0,00116 mm) de diámetro)  
y casi todos ellos entran en la preferida gama de tamaños de  
25 -6 a 110 mallas, (es decir de 0,131 a 0,065 pulgada (0,00332  
a 0,00165 mm) de diámetro).

-----

--

--

-----

320965



TABLA 5

1

5

10

15

20

25

30

		Presente procedimiento	Procedimiento con vencional de for- mación de habas (empleando urea anhidra)
	<u>Densidad volúmetrica</u> (libras/pie cubico) (kgs/metro cúbico)	47,0 (752,90)	46,8 (745)
	<u>Análisis de cribado</u> (en porcentajes) criba Tyler Standard	<u>Mallas</u>	<u>%</u>
		16	-
		18	36,7
		110	99,8
		112	> 99,9
		114	-
		120	-
		128	-
		135	-
		1100	-
		-100	-
			75,4
			97,6
			99,3
			99,6
			99,7
			0,3
	<u>Esfericidad</u> (porcentaje de partículas de -8 mallas (0,093 pulgada) (0,00237 mm) a 110 mallas (0,065 pulgada) (0,00165 mm) que ruedan hasta el fondo del plano inclinado)	20,2	23,9
	<u>Dureza</u> (peso en gramos para triturar un 50% de partículas del ensayo de esfericidad)	1610	600
	<u>Aglomeración</u> resistencia a la rotura del aglo- merado (libras) (kgs.)	3,541 (1,571 ± 0,45)	3,841 (1,711 ± 0,45)
	% nivel revestimiento arcilla	2,0	2,0

Los resultados de los ensayos que se exponen en las tablas 4 y 5 demuestran que las partículas de urea producidas por el presente procedimiento son mayores, más duras y más

320965



1 uniformes que las producidas por el procedimiento de forma-  
ción de habas. Un exámen visual muestra que las superficies -  
de los gránulos de urea del presente procedimiento tienen una  
5 textura relativamente basta e irregular en comparación con -  
las superficies lisas de las habas de urea convencionales.  
La esfericidad, densidad volúmetrica y tendencias a la aglo-  
meración de los dos productos de urea no son notablemente --  
diferentes.

10 El procedimiento de esta invención presenta una serie  
de importantes ventajas respecto a los conocidos procedimien-  
tos del arte anterior para la producción de nitrato amónico,  
urea y análogos compuestos nitrogenados en forma granular.  
15 Los compuestos nitrogenados que pueden tratarse ventajosamente  
mediante el presente procedimiento son los que funden sin  
descomposición a una temperatura razonablemente baja, por --  
ejemplo inferior a 250°C. Esta invención proporciona un pro-  
cedimiento para formar gránulos fertilizantes que son más bas-  
tos y de una distribución de tamaños más estrecha que los que  
20 pueden producirse sobre una base economicamente practicable  
en una torre de pulverización convencional. Se produce un  
material más duro y de mayor densidad volumétrica, posible-  
mente como resultado del efecto de contracción de la solidi-  
ficación de sucesivas capas fundidas sobre un núcleo seco só-  
lido más frío. Por ejemplo, hemos producido gránulos de ni-  
25 trato amónico tan duros como de 260 gramos con referencia a  
la tabla 3. Como estos compuestos nitrogenados son normalmen-  
te sometidos a una manipulación y atrición considerables du-  
rante su transporte y/o mezclado con otros ingredientes fer-  
tilizantes, es especialmente ventajoso un alto grado de dure-  
30 za. Aunque los gránulos son generalmente esféricos, sus su--

320965



1 perficies tienen una textura basta e irregular que es distin  
ta a la superficie generalmente vítrea de las habas. La su--  
perficie basta de los gránulos de la presente invención per-  
mite una buena adherencia de los agentes acondicionadores, -  
5 tales como arcilla y diatomita. Tales agentes acondiciona-  
res no se requieren para todos los fines a que se destinan los  
productos de la presente invención, pero ordinariamente se -  
aplican a productos fertilizantes de nitrato amónico y urea  
para reducir la tendencia a la aglomeración del producto en  
10 su almacenamiento. Los gránulos de la presente invención, --  
que son mayores que las habas y por consiguiente tienen me--  
nos área superficial por unidad de peso, no requieren tanto  
agente acondicionador como las habas. El contenido en nitró-  
geno de los fertilizantes puede ser por consiguiente mayor -  
15 con los gránulos que con las habas.

El aparato de la presente invención, en el que la cá-  
mara granuladora y la cámara refrigeradora se incorporan den-  
tro de un solo tambor giratorio en lugar de en dos tambores  
separados, ofrece también una serie de ventajas. Estas inclu-  
20 yen los evidentes aspectos de menor espacio, menos equipo y  
menos costos de inversión y explotación que los que se requie-  
rirían para dos recipientes. Tales ventajas incluyen también  
unas perfeccionadas características del producto pues se for-  
man gránulos mas duros y mas redondos con una baja tendencia  
25 a la aglomeración, debido a la continua agitación de los mis-  
mos mientras se enfrían a través del estado plástico a una  
condición sólida y firme antes de descargarse del granulador-  
refrigerador. Esta condición sólida y firme permite un efi-  
ciente cribado y trituración del material de tamaño superior  
30 al normal. Además, el paso del aire ambiente a través de la

320965



1 zona refrigerante antes de penetrar en la zona granuladora,  
templa dicho aire refrigerante, de manera que las variacio-  
nes de un día a otro en las condiciones atmosféricas no tie-  
nen ningún efecto adverso sobre el control de la temperatu-  
5 ra en la cámara granuladora. Se transfiere suficiente calor  
desde los gránulos al aire al pasar a través de la cámara  
refrigerante para que se evite un excesivo enfriamiento de  
la pulverización en la cámara granuladora.

10 Se comprenderá naturalmente la posibilidad de intro-  
ducir modificaciones en la presente versión de la invención  
descrita aquí, sin apartarse del ámbito de la misma, tal co-  
mo se define en las adjuntas reivindicaciones.

En resumen, la Patente de Invención que se solicita  
recaerá sobre las siguientes:

15 REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de producción de gránulos fertili-  
zantes fuertes, duros y de textura sólida, que comprende la  
formación y mantenimiento de una capa de partículas sólidas  
en continuo movimiento de un fertilizante en la zona de granu-  
20 lación de un recipiente giratorio que presenta una zona de -  
granulación alargada y una zona de refrigeración; el avance  
de dichas partículas a través de la citada zona de granula-  
ción; la elevación continua de partículas sólidas de dicha  
capa a una zona superior de la referida zona de granulación  
25 y el desprendimiento de dichas partículas sólidas elevadas en  
forma de cascada hacia abajo a modo de cortina continua de -  
partículas sólidas extendidas sustancialmente en toda la lon-  
gitud de dicha zona de granulación; la pulverización de una ma-  
sa fundida nitrogenada y sustancialmente anhidra a una tempera-  
30 tura de 5 a 25°C por encima de su temperatura de cristalización so-  
bre dicha capa y al interior de la referida cortina de particu-

320965



1 las sólidas, el contacto simultáneo de la cortina en casca-  
da continua de partículas con una corriente de aire refrige-  
rante que fluye a contracorriente respecto a la dirección -  
del avance de las citadas partículas; el paso continuo de -  
5 tales partículas sólidas desde la citada zona de granulación  
a dicha zona de refrigeración; el paso de tales partículas -  
sólidas a través de dicha zona refrigerante en contacto con  
un flujo de aire refrigerante; y la retirada de las partícu-  
las sólidas refrigeradas de dicha zona refrigerante.

10 2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el -  
que la capa de partículas sólidas en movimiento en la zona  
de granulación se forma y mantiene añadiendo partículas só-  
lidas finamente divididas de un fertilizante a la citada ca-  
pa.

15 3. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2,  
en el que se separan partículas sólidas enfriadas, dentro de  
una determinada gama de tamaños, de las mencionadas partí-  
culas sólidas enfriadas y retiradas como gránulos producto y  
las partículas sólidas enfriadas e inferiores a las inclui-  
20 das dentro de la citada gama determinada de tamaños se -  
recirculan a dicha zona de granulación.

25 4. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2,  
en el que las partículas sólidas enfriadas que se retiran de  
la citada zona de refrigeración son pasadas a una operación  
de cernido y se separan las partículas en una determinada  
gama de tamaños bastos, partículas de tamaño superior al nor-  
mal y partículas de tamaño inferior al normal, las partículas  
de tamaño superior al normal enfriadas son recogidas y tritu-  
radas y tales partículas trituradas son pasadas a la capa de  
30 dicha zona de granulación para su avance a través de ella, -

320965



1 las partículas de tamaño inferior al normal enfriadas son de  
vuelatas a la capa de dicha zona de granulación para su avan-  
ce a través de ella, las partículas enfriadas incluidas den-  
5 tro de la gama predeterminada de tamaños bastos son pasadas  
a una operación de acondicionamiento y se recogen las partí-  
culas de dicha operación de acondicionamiento como granulos  
de producto final.

10 5. Procedimiento según cualquiera de las anteriores  
reivindicaciones, en el que las partículas sólidas mas den-  
sas arrastradas con el aire refrigerante que pasa desde la  
citada zona de granulación son recuperadas y devueltas a di-  
cha zona.

15 6. Procedimiento según cualquiera de las anteriores  
reivindicaciones, en el que las partículas sólidas y la masa  
fundida nitrogenada son de nitrato amónico.

20 7. Procedimiento según la reivindicación 6, en el  
que se pasa una corriente de solución acuosa de nitrato amó-  
nico a una operación de evaporación para formar dicha masa  
fundida nitrogenada sustancialmente anhidra.

25 8. Procedimiento según las reivindicaciones 4, 5, 6  
y 7, en el que una porción de las partículas de tamaño supe-  
rior al normal enfriadas y procedentes de la operación de --  
cernido se disuelven en dicha corriente de solución acuosa -  
de nitrato amónico.

30 9. Procedimiento según las reivindicaciones 7 ú 8,  
en el que las partículas sólidas más ligeras de nitrato amó-  
nico arrastradas con el aire refrigerante que pasan desde la  
citada zona de granulación son recuperadas y disueltas en la  
mencionada corriente de solución acuosa de nitrato amónico.

10. Procedimiento según las reivindicaciones 6,7,8,

320965



1 y 9, en el que la concentración de nitrato amónico en dicha  
masa fundida es del 99% por lo menos.

5 11. Procedimiento según las reivindicaciones 6, 7, 8  
y 9, en el que la concentración de nitrato amónico en dicha  
masa fundida es del 99 al 99,5%.

10 12. Procedimiento según cualquiera de las reivindica-  
ciones 6 a 11, en el que la temperatura del aire es siempre  
por lo menos de 60°C por debajo de la temperatura del reves-  
timiento fundido que se pulveriza sobre las partículas en la  
zona de granulación.

15 13. Procedimiento según cualquiera de las reivindi-  
caciones 6 a 12, en el que el aire refrigerante penetra en  
la zona de refrigeración a una temperatura del orden de 5 a  
30°C, pasa a la zona de granulación a una temperatura del or-  
den de 45 a 80°C y sale de dicha zona a una temperatura del  
orden de 60 a 90°C.

20 14. Procedimiento según cualquiera de las reivindica-  
ciones 6 a 13, en el que las partículas sólidas refrigeradas  
son retiradas de dicha zona de refrigeración a una temperatu-  
ra del orden de 40 a 70°C.

15. Procedimiento según cualquiera de las reivindica-  
ciones 1 a 5, en el que las partículas sólidas y la masa fun-  
dida nitrogenada son de urea.

25 16. Procedimiento según la reivindicación 15, en el  
que se pasa una corriente de solución acuosa de urea a una  
operación de evaporación para formar la citada masa fundida  
nitrogenada sustancialmente anhidra.

30 17. Procedimiento según las reivindicaciones 4, 5,  
15 y 16 en el que una porción de partículas de tamaño supe-  
rior al normal enfriadas y procedentes de dicha operación de

320965



1

cernido se disuelven en la mencionada corriente de solución acuosa de urea.

5

18. Procedimiento según las reivindicaciones 16 y 17 en el que las partículas sólidas y más ligeras de urea arrastradas con el aire refrigerante que pasa desde la citada zona de granulación son recuperadas y disueltas en dicha corriente de solución acuosa de urea.

10

19. Procedimiento según las reivindicaciones 15, 16 y 18, en el que la concentración de urea en la citada - masa fundida es del 99% por lo menos.

20. Procedimiento según las reivindicaciones 15, 16, 17 y 18, en el que la concentración de urea en dicha - masa fundida es del 99 al 99,5%.

15

21. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita : "PROCEDIMIENTO DE PRODUCCION DE GRANULOS FERTILIZANTES".

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la - presente Memoria descriptiva que consta de treinta y tres páginas mecanografiadas y dibujos adjuntos.

20

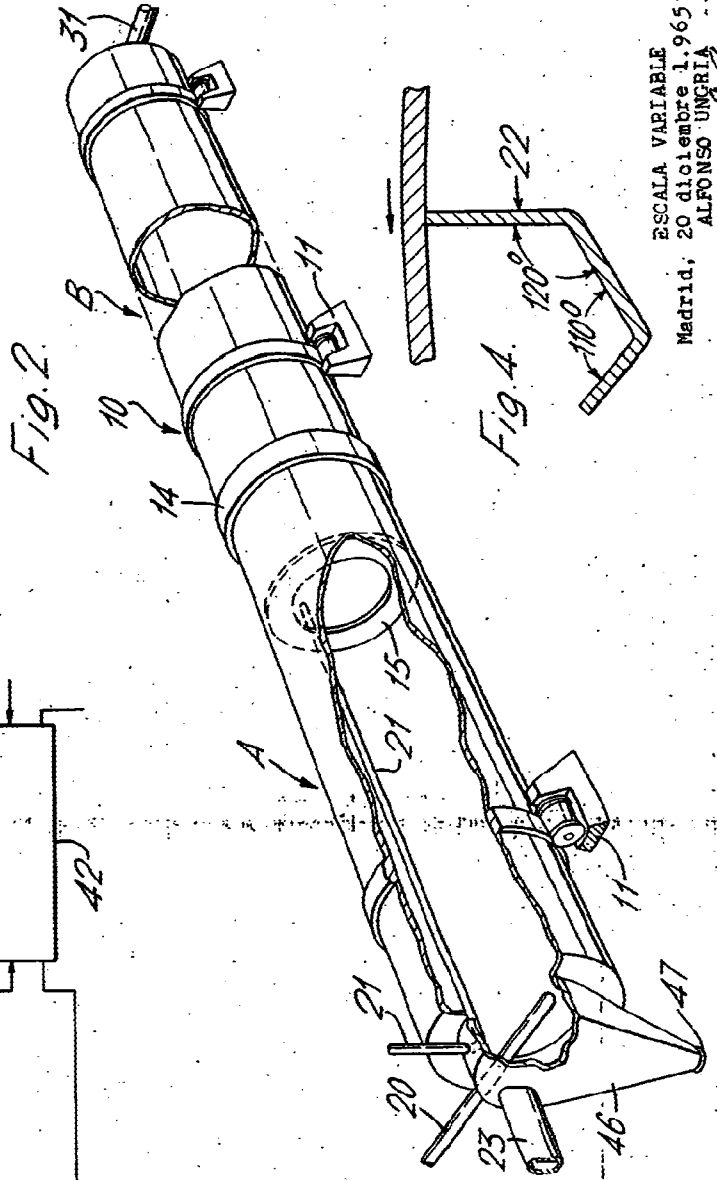
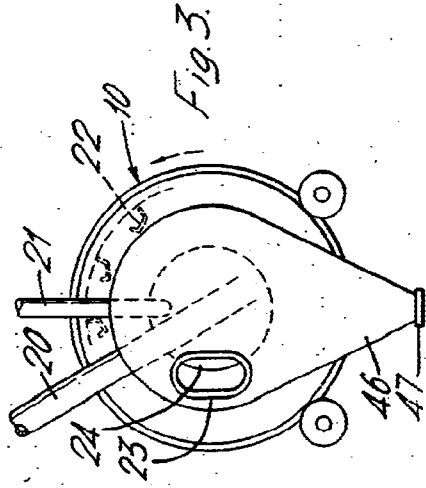
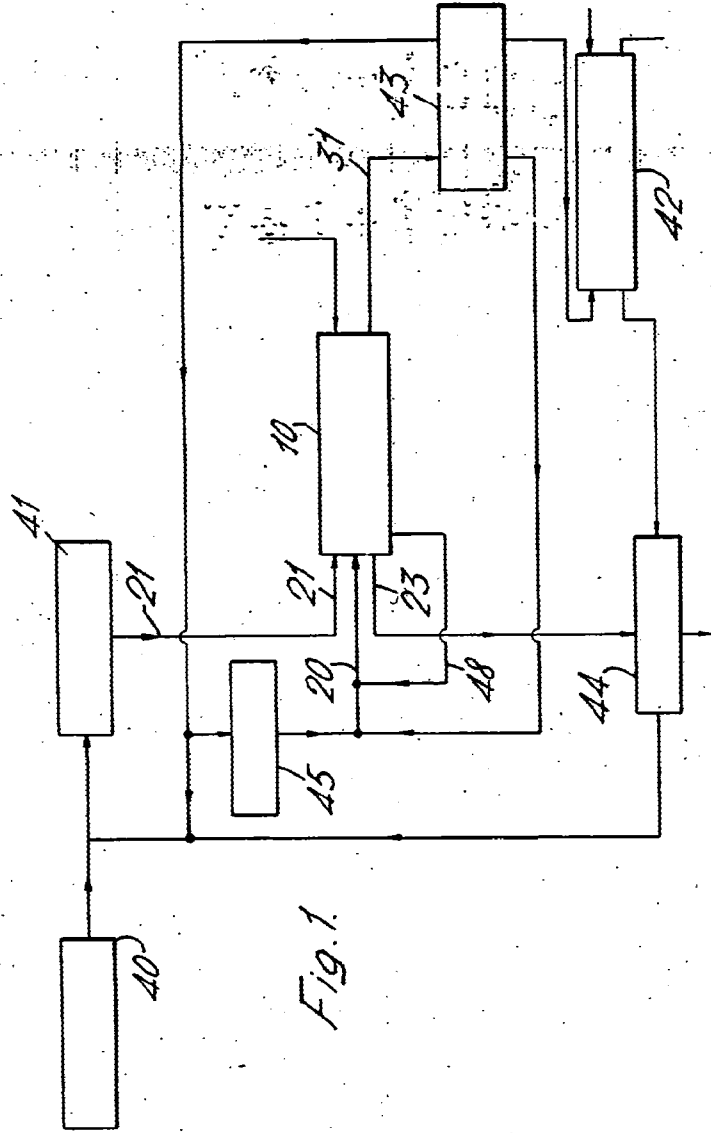
Madrid, 20 de Diciembre 1.965

BERNARDO UNGRIA

P.P.

25

30



ESCALA VARIABLE  
 Madrid, 20 diciembre 1.965  
 ALFONSO UNGRIA