



PATENTE DE INVENCION

ICI. Case No. Z. 18629

330167

Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento para la producción de fosfato amónico sólido"

Solicitante: SCOTTISH AGRICULTURAL INDUSTRIES LIMITED, entidad británica, residente en: 39 Palmerston Place, Edinburgh Escocia.

La presente invención se relaciona con una modificación del procedimiento descrito y reivindicado en la patente del Reino Unido número 951.476 (en adelante denominada "La patente principal", mediante la cual se produce una composición sólida que comprende

5.



una relación atómica N:P en el fosfato amónico del orden de 1,6 a 1,9.

- En la patente principal se describe y reivindica un procedimiento mediante el cual se reaccionan conjuntamente una suspensión acuosa de fosfato amónico, de una relación atómica N:P del orden de 1,2 a 1,8, y un líquido o suspensión de pH inferior en condiciones tales que, se forma un producto sólido de relación atómica N:P del orden de 0,95 a 1,6. La patente principal describe también la amonización después del mezclado de la primera suspensión y el citado líquido o suspensión de pH inferior, para dar un producto de relación atómica N:P que es superior pero que todavía corresponde al nivel de 0,95 a 1,6.
5. Se ha descubierto ahora que mediante una adecuada selección de condiciones esta operación subsiguiente de amonización puede efectuarse hasta una fase ulterior para dar un producto sólido que comprende fosfato amónico de relación atómica N:P de 1,6 a 1,9.
10. Este producto muestra propiedades tixotrópicas y cuando se mezcla con otros ingredientes fertilizantes permite la realización de una buena granulación.
15. La reivindicación 1 de la patente principal reivindica un procedimiento de producción de un material sólido que comprende fosfato amónico de relación atómica N:P de 0,95 a 1,6, en el que se añaden ácido fosfórico y amoníaco a una suspensión acuosa de fosfato amónico de consistencia fluidificable a la temperatura de trabajo y que tiene una relación atómica N:P comprendido entre 1,2 y 1,8, para formar más suspensión
- 20.
- 25.
- 30.



- sustancialmente de igual composición y concentración y de consistencia fluidificable y se retira una cantidad de la citada suspensión sustancialmente equivalente a la producida mediante la adición del ácido fosfórico y el amoníaco, que comprende el mezclado de la
5. cantidad de suspensión retirada con una cantidad de un segundo líquido o suspensión capaz de amonización por aquélla (es decir de bajo pH), de manera que el fosfato amónico del producto resultante tiene una relación
10. atómica N:P predeterminada e inferior a la de la suspensión acuosa original de fosfato amónico, siendo tal el contenido en humedad de la suspensión acuosa retirada y del segundo líquido o suspensión, que el producto resultante solidifica durante el mezclado, y el tratamiento de dicho producto por encima de la temperatura ambiente y bajo unas condiciones tales que se efectúe un transporte hacia adelante y una agitación que implican una repetida exposición de superficies frescas de aquél durante un período de tiempo suficiente
15. para que el citado producto sea sólido tal como anteriormente se define, a temperatura ambiente.

- En la reivindicación 2 de la patente principal se reivindica un procedimiento según la reivindicación 1, en el que si la citada relación atómica predeterminada N:P es inferior a la requerida para el citado sólido deseado, tal como anteriormente se define, entonces, después del mezclado de la suspensión de fosfato amónico retirada con el segundo líquido o suspensión mencionados, se efectúa la amonización después de
25. retirarse suficiente humedad para evitar la licuación
- 30.



durante dicha amonización, a fin de producir el citado sólido dotado de la deseada relación atómica N:P.

El término "sólido" se define en la patente principal como mezcla íntima de partículas sólidas y

5. solución acuosa saturada de ingredientes solubles, en la que la proporción de solución es inferior a aquélla a la que hay una sustancial separación de líquido del producto bajo una presión de $0,4 \text{ Kg Km}^2$, que se aproxima a las condiciones ordinarias de almacenamiento.
10. Los niveles máximos de contenido en humedad varían con el tamaño de las partículas sólidas, siendo inferiores con partículas mayores, y también con la composición química.

- De acuerdo con la presente invención, se establece un procedimiento de producción de un material sólido que comprende fosfato amónico de relación atómica N:P de 1,6 a 1,9, que es una modificación del procedimiento de la reivindicación 2 de la patente principal, que comprende el aseguramiento de que el producto resultante del mezclado de la suspensión de fosfato amónico de una relación atómica N:P del orden de 1,2 a 1,8, y el segundo líquido o suspensión mencionados, posea un contenido en humedad inferior al 15% sobre una base húmeda, y la amonización de la mezcla para formar un producto que tenga una relación atómica N:P comprendida entre 1,6 y 1,9, que sea sólido de acuerdo con la definición dada en la patente principal.
- 15.
 - 20.
 - 25.

- Preferiblemente, el producto preformado es recirculado y añadido a la mezcla de la citada suspensión de fosfato amónico y el segundo líquido o suspen-
- 30.



sión mencionados. El contenido en humedad de la mezcla se estabiliza así a un nivel en el que no hay peligro de que el fosfato amónico se licue y resulte difícil de manejar.

5. Preferiblemente, la amonización se efectúa mediante amoníaco gaseoso.

Se comprenderá que sin una recuperación elevadamente eficiente del amoníaco mediante un depurador ácido, la producción de una suspensión acuosa de fosfato amónico de relación atómica N:P superior a 1,8 aproximadamente, tiene por lo general como resultado una pérdida sustancial de amoníaco. Por consiguiente, es deseable elevar la relación atómica N:P del producto mediante subsiguiente adición de amoníaco en lugar de mediante su adición a la suspensión, elevándose así la relación N:P de la suspensión por encima de 1,8.

Uno de los usos para los que es adecuado el producto de esta invención es la fabricación de fertilizantes mezclados granulares, mediante mezclado de ellos con otros ingredientes fertilizantes y sujeción de la mezcla a un procedimiento de granulación en el que se añade humedad. Para este fin, es deseable que el producto de esta invención sea un sólido y tenga un tamaño de partícula inferior a 3,5 mm. Sin embargo, deberá contener preferiblemente la máxima cantidad posible de agua sin perder su forma sólida, porque en estas circunstancias es un medio granulador mejor.

Por consiguiente, es preferible que, a fin de dar un producto que posea un contenido en humedad que le haga adecuado para la subsiguiente granulación,



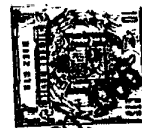
el contenido en humedad de la mezcla en la segunda etapa de amonización sea superior al 3% sobre una base húmeda. Es importante que este contenido en humedad sea inferior al 15% sobre una base húmeda, pues por encima de este valor puede formarse un producto húmedo que no sea un sólido, como se define en la patente principal, a menos que se aplique un calor extra.

Por otra parte, para evitar que el contenido en humedad de la mezcla en la segunda etapa de amonización descienda por debajo del nivel preferido del 3% sobre una base húmeda, puede añadirse agua y/o ácido fosfórico a la mezcla para llevar el contenido en humedad a un nivel adecuado. Si se emplea ácido fosfórico como fuente de agua adicional, se añadirá suficiente amoníaco adicional durante la etapa de amonización para formar más fosfato amónico cuya relación atómica N:P sea la deseada.

El producto resultante del mezclado de la suspensión de fosfato amónico y el segundo líquido o suspensión puede hacerse que tenga un contenido en humedad inferior al 15% mediante selección de concentraciones adecuadas de suspensión y líquido ácido. Sin embargo, preferiblemente su contenido en humedad es eficazmente disminuido mediante su mezclado, antes de la amonización, con producto preformado del procedimiento de esta invención.

El segundo líquido o suspensiones mencionados pueden comprender por lo menos un ácido mineral (por ejemplo, ácido fosfórico, nítrico o sulfúrico).

El propio ácido puede ser parcialmente amonizado. Puede



introducirse una sal amónica y/o urea al efectuarse la adición del segundo líquido o suspensión mencionados, o después de tal adición. Tal material puede introducirse convenientemente como sólido o como solución acuosa concentrada. Si se desea, pueden introducirse también otros materiales sólidos en esta etapa, por ejemplo muriato de potasa para dar un producto sólido que contenga nitrógeno, fósforo y potasio.

Un aparato que es particularmente adecuado para la forma preferida del procedimiento, en el que se recircula producto preformado, es del tipo que se describe y reivindica en la patente del Reino Unido número 1.001.031. La figura 1 de los dibujos adjuntos es una representación esquemática (no trazada a escala) de tal aparato, en el que puede recircularse producto convenientemente dentro del aparato hasta una posición en la que pueda mezclarse con la mezcla de suspensión y líquido ácido.

El recipiente 1 en forma de cubeta está parcialmente dividido en sentido longitudinal en dos secciones mediante un deflector 2 y se montan en el recipiente los árboles 3 y 4. Estos árboles están provistos de pasadores (no mostrados en el dibujo) dispuestos helicoidalmente y que al girar los árboles en direcciones opuestas mediante un sistema que comprende un motor y engranajes (no mostrados en el dibujo), impulsan material sólido a lo largo de la trayectoria indicada por las flechas 5. La suspensión y el líquido ácido, separadamente o premezclados, se introducen en el mezclador a través de una abertura 6 y se mezclan con una capa de



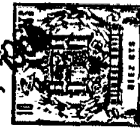
producto preformado que está siendo recirculado en el recipiente mediante rotación de los árboles 3 y 4.

5. Cuando la capa con la mezcla añadida, pasa a lo largo de la sección del recipiente donde está situada la abertura de entrada 6, se añade amoníaco a través de la tubería 7. Después de la amonización, la capa pasa a lo largo de la otra sección del recipiente, parte de la capa es retirada a través de una abertura de salida 8 y el resto es recirculado para mezclarse con más suspensión y líquido ácido añadidos a través de la abertura de entrada 6.
- 10.

Ejemplo 1

- Este ejemplo ilustra el procedimiento de la invención cuando se usa un mezclador de cubeta con recirculación, tal como anteriormente se describe.
- 15.

- Se tomó directamente de una planta que utilizaba el procedimiento reivindicado y descrito en la patente principal, fosfato amónico de un análisis del 11,8% de N, 46,8% de P_2O_5 soluble, 47,4% de P_2O_5 total, 5,8% de H_2O y una relación atómica N:P de 0,95, y junto con agua se añadió a través de la abertura de entrada 6 a una capa en recirculación de producto preformado en una mezcladora de cubeta, como se ilustra en la figura 1 de los dibujos adjuntos. La capa fué amonizada mediante amoníaco gaseoso inyectado bajo aquélla a través de la tubería 7; se recirculó a lo largo de la otra sección de la cubeta hacia la abertura de entrada 6, retirándose agua durante esta recirculación mediante el calor de reacción y retirándose una porción de la capa a través de la salida 8 como producto de un
- 20.
- 25.
- 30.



análisis del 18,2% de N, 45,9% de P_2O_5 soluble, 47,2% de P_2O_5 total, una relación N:P de 1,75 y un 2% de H_2O . Las condiciones medias de operación durante un proceso de 4 horas fueron las siguientes:

- 5. Alimentación de fosfato amónico
 - Contenido en humedad 5,8%
 - Ritmo de adición 0,8 tonelada/hora
 - Temperatura 50°C
- 10. Alimentación de amoníaco
 - Ritmo 112,5 Kilos/hora
- Alimentación de agua
 - Ritmo 45 Kilos/hora
- Capa en recirculación
 - Ritmo 4,8 toneladas/hora
 - Contenido en humedad 2%
- 15. Producto
 - Ritmo 0,9 toneladas/hora
 - Temperatura 70°C.

Se observará que aunque el contenido en humedad del fosfato amónico añadido a través de la abertura de entrada 6 a la mezcladora es efectivamente del 10,8%, que permite la adición extra de agua, el contenido total en humedad de la capa en la zona comprendida entre la abertura de entrada 6 y el punto en que se inicia la amonización, es sólo del 3,3%. La capa en recirculación actúa así como medio de "secado" del fosfato amónico añadido, a un contenido en humedad en el que no hay peligro de que el fosfato amónico se licue y resulte difícil de manipular. La reducción en el contenido de humedad del 3,3% en la capa al 2% en el producto es causada por el calor de reacción.

30. El producto obtenido por el procedimiento



descrito en este ejemplo era un polvo de un tamaño de partícula inferior a 3 mm. Al mezclarse con otros ingredientes fertilizantes, permite realizar una buena granulación.

5.

Ejemplo 2

El procedimiento de la invención puede efectuarse también usando una planta del tipo ilustrado esquemáticamente en la figura 2 de los dibujos.

- Se prepara en el recipiente de reacción 11
10. una suspensión de fosfato amónico de relación atómica N:P superior a 1,2 y se reacciona con el líquido ácido en la mezcladora de cubeta 12 para producir fosfato amónico sólido de una relación atómica N:P del orden de 0,95 a 1,6. El fosfato amónico sólido es transporta-
15. do desde la mezcladora de cubeta 12 al recipiente 13 en forma de cubeta, que se ilustra esquemáticamente en la figura 3 de los dibujos. En el recipiente 13 van montados dos árboles 14 y 15, provistos de pasadores helicoidalmente dispuestos (no mostrados en los dibujos).
20. Los árboles son puestos en rotación en direcciones opuestas mediante un sistema de motor y engranajes (no mostrados en los dibujos) que impulsan material sólido en la dirección indicada por las flechas 16.

- El fosfato amónico sólido antes mencionado
25. se mezcla en el recipiente 13 con producto preformado, recirculado al recipiente por medio de un elevador 17 y un transportador 18. La capa de material así formada es amonizada, por ejemplo mediante amoníaco gaseoso inyectado a través de la tubería 19 y es secada luego
30. a su paso a lo largo del recipiente hasta la pendiente



de salida 20. El material pasa al elevador 17, que lo lleva al transportador 18, donde parte del material en retirada como producto, siendo recirculado el resto como anteriormente se describe, al recipiente 13.

5. Seguidamente se describe un ejemplo del uso de este tipo de planta para producir un fosfato amónico de relación atómica N:P superior a 1,6.

- Se preparó una suspensión de fosfato amónico de relación atómica N:P de 1,4 en el recipiente de
10. reacción 11 y luego se llevó a la mezcladora de cubeta 12, donde se reaccionó con ácido fosfórico para formar fosfato amónico de un análisis del 12,0% de N, 46,7% de P_2O_5 soluble, 48,3% de P_2O_5 total, 6% de H_2O y relación atómica N:P de 1,0. Este fosfato amónico se pa-
15. só al recipiente 13 junto con agua y material recirculado procedente del transportador 18. La capa de material así formada fué amonizada mediante inyección de amoníaco gaseoso a través de la tubería 19 y luego se secó la capa mediante el calor de reacción mientras
20. era impulsada a lo largo del recipiente 13 mediante los árboles 14 y 15. El material pasó a través de la pendiente 20 al elevador 17 y luego al transportador 18, donde se retiró una porción como producto. El análisis del producto era del 17,3% de N, 44,2% de P_2O_5 soluble,
25. 47,6% de P_2O_5 total, relación atómica N:P de 1,64 y un 1,7% de H_2O . Las condiciones medias de operación durante un proceso de cinco horas fueron como sigue:

- Alimentación de fos-
fato amónico sólido. Ritmo de adición 3,3 toneladas/h.
30. Alimentación de amo-
niaco Ritmo de adición 247,5 kilos/hora.



	<u>Alimentación de agua</u>	Ritmo de Adición	190 kilos/hora
	<u>Capa en recirculación</u>		
	<u>ción</u>	Ritmo	15 toneladas/h.
		Contenido humedad	1,7% H ₂ O
5.	<u>Producto</u>	Ritmo	3,5 toneladas/h.
		Temperatura	64°C

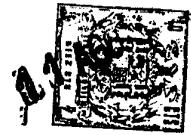
10. El producto semigranular fué triturado y cer-
nido, siendo adecuado para su incorporación con otros
ingredientes fertilizantes en fertilizantes granulares.

N O T A

15. Descrita suficientemente la naturaleza del
invento, así como la manera de realizarlo en la prác-
tica, debe hacerse constar que las disposiciones ante-
riormente indicadas son susceptibles de modificaciones
de detalle en cuanto no alteren su principio fundamen-
tal.

20. También se hace constar que el invento co-
rresponde a una solicitud de patente presentada en
Inglaterra con fecha 11 de agosto de 1.965 bajo el nú-
mero 34365/65, acogiéndose por tanto a los beneficios
que conceden los Convenios Internacionales en vigor,
siendo lo que constituye la esencia del referido inven-
to y por lo que se solicita Patente de Invención por
25. 20 años en España sobre: "PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUC-
CION DE FOSFATO AMONICO SOLIDO"; caracterizándose por
lo siguiente:

30. 1.- Procedimiento para la producción de fos-
fato amónico sólido de relación atómica N:P de 1,6 a
1,9, caracterizado porque comprende adicionar ácido



- fosfórico y amoníaco a una suspensión acuosa de fosfato amónico, que tenga una consistencia fluidificable a la temperatura de trabajo y que presente una relación atómica N:P comprendida entre 1,2 y 1,8 para formar
5. más suspensión sustancialmente de igual composición y concentración y de consistencia fluidificable, retirar una cantidad de dicha suspensión sustancialmente equivalente a la producida mediante la adición del ácido fosfórico y amoníaco, mezclar la suspensión retirada
10. con un segundo líquido o suspensión capaz de amonización por aquélla, es decir de pH inferior, de manera que el fosfato amónico del producto resultante tenga una relación atómica N:P predeterminada e inferior a la de la suspensión acuosa original de fosfato amónico,
15. verificar que el producto posea un contenido en humedad inferior al 15% sobre una base húmeda, de tal manera que se solidifique durante el citado mezclado y se impida su licuación durante la subsiguiente amonización, amonizar el producto en un grado deseado y tratar
20. el mismo por encima de la temperatura ambiente, bajo unas condiciones tales que se efectúen un transporte hacia adelante y una agitación que implique una repetida exposición de superficies frescas de aquél y durante un período de tiempo suficiente para que el producto
25. sea sólido, a temperatura ambiente.

2.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque se recircula producto preformado y se añade a la mezcla de la citada suspensión de fosfato amónico y el segundo líquido o suspensión mencionados.

30. 3.- Procedimiento, según la reivindicación 1,



caracterizado porque la amonización se efectúa mediante amoníaco gaseoso.

4.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque el citado contenido en humedad de la mezcla en la fase de amonización es superior al 3% en peso.

5.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque el segundo líquido o suspensión mencionados comprende por lo menos un ácido mineral.

6.- Procedimiento, según la reivindicación 5, caracterizado porque el citado ácido es parcialmente amonizado.

7.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque por lo menos un compuesto de nitrógeno seleccionado entre el grupo consistente en sales amónicas y urea, es introducido en la mezcla de la citada suspensión de fosfato amónico y el segundo líquido o suspensión mencionados.

8.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque se introduce muriato de potasa en la mezcla de la citada suspensión de fosfato amónico y el segundo líquido o suspensión mencionados.

9.- Procedimiento para la producción de fosfato amónico sólido.

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

Madrid,

11 AGO. 1966

SCOTTISH AGRICULTURAL INDUSTRIES LIMITED.

A. GÓMEZ ACEBO Y MODEY
Dpto. Finanzas: F. Hernández Ruter



ESCALA VARIABLE

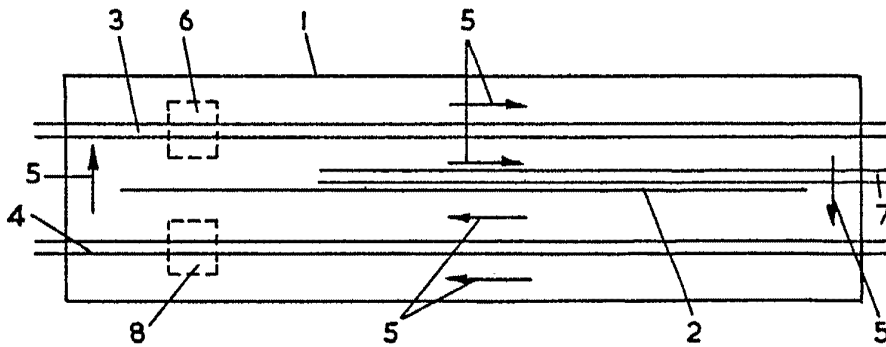
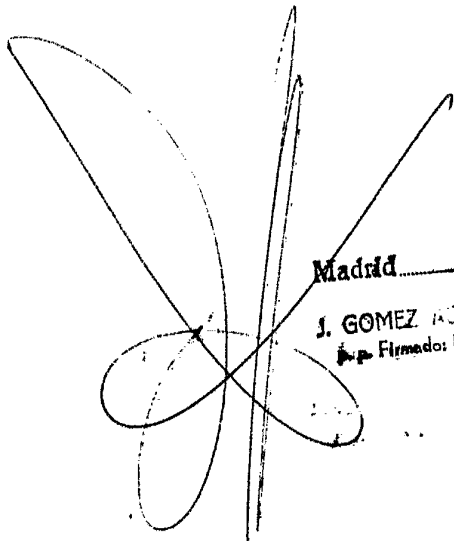


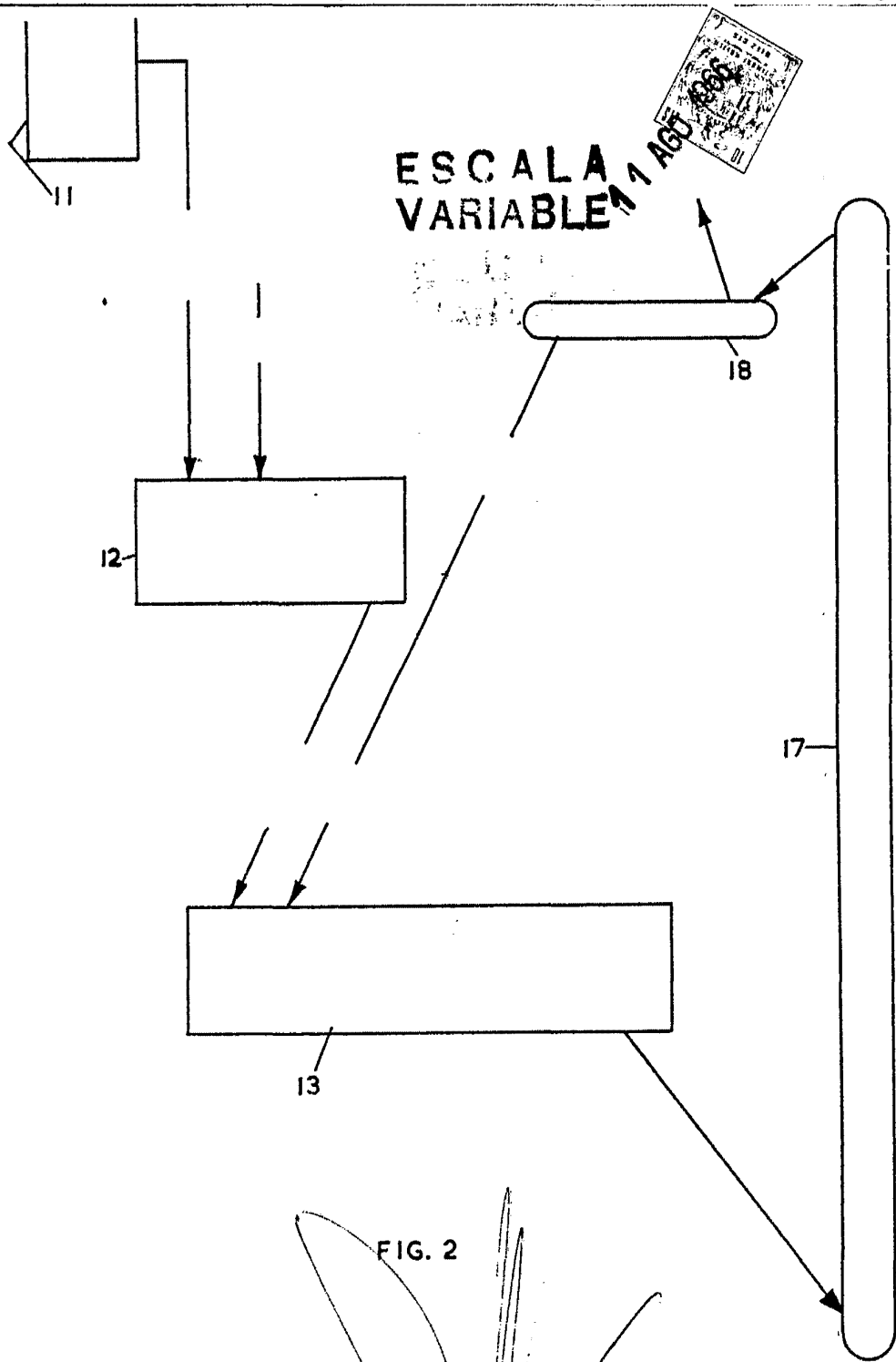
FIG. 1



Madrid

J. GOMEZ ACED Y MODA

Firmado: F. Hernández Ruiz



ESCALA
VARIABLE



FIG. 2

Madrid
A. GONZALEZ - INGENIERO INDUSTRIAL
C/Alfonso XII, 10 - 28014 Madrid

330167

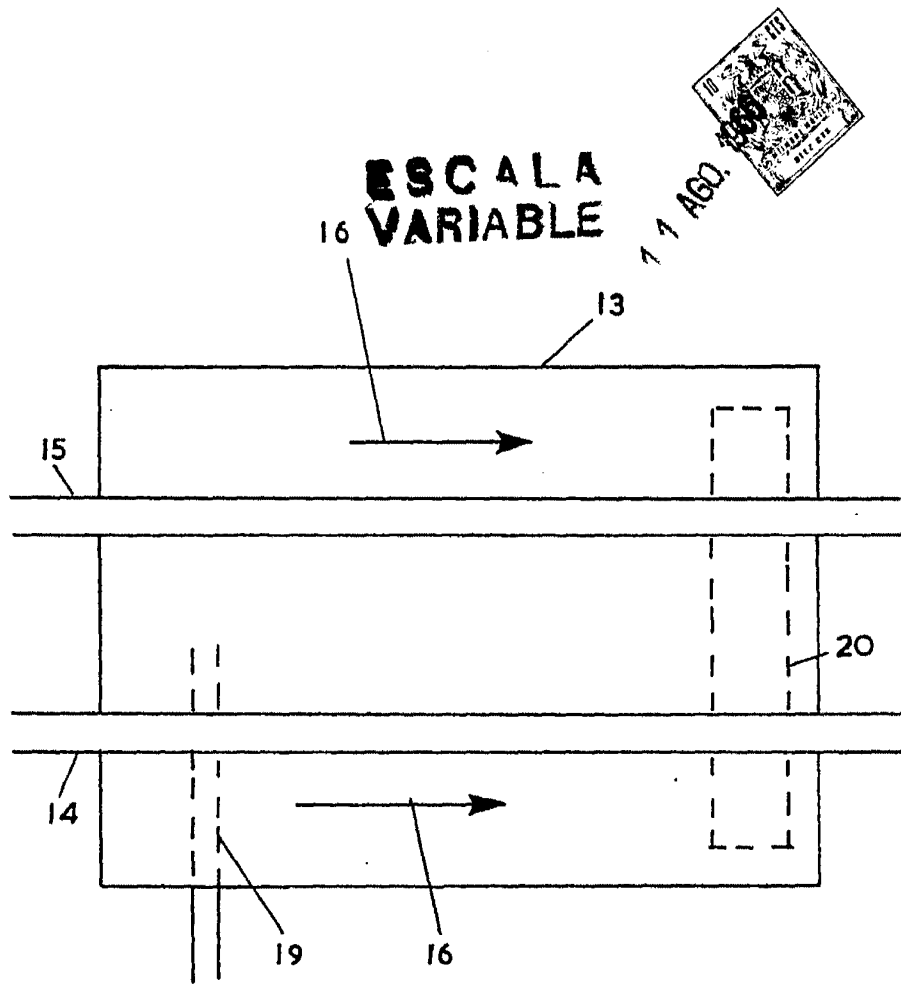


FIG. 3

[Handwritten signature]
Madrid
D.º.º. Firmado: F. Hernández Ruiz