

350670

PATENTE DE INTRODUCCION
=====

ICI Cases Z.15608/16150 &

Z.15609/16151.



Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento para la fabricación de
fosfato amónico sólido"

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

=====

La presente invención se relaciona con un
procedimiento de producción de una composición sólida
que comprende fosfato amónico de una relación N:P
deseada.

5. El fosfato monoamónico, $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$, y el fos



- fato diamónico, $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$, y mezclas de estas sales, son ingredientes deseables para fertilizantes, por que proporcionan tanto nitrógeno como fósforo, dos elementos que son esenciales para el desarrollo vegetal.
5. Un fosfato amónico se caracteriza por la relación atómica entre nitrógeno y fósforo que contiene, comúnmente denominada relación atómica N:P; así, el fosfato monoamónico tiene una relación atómica N:P de 1,0 y una mezcla equimolar de fosfato monoamónico y fosfato diamónico tiene una relación atómica N:P de 1,5. La relación atómica N:P de una composición que contenga compuestos de nitrógeno ó fósforo además del fosfato amónico es la relación atómica N:P del componente de fosfato amónico sóloamente.
10. Comúnmente, si se incorporan fosfatos amónicos en fertilizantes granulares, los gránulos se forman a partir de una suspensión líquida del fosfato amónico.
15. Los fosfatos amónicos sólidos se han empleado raras veces en la fabricación de fertilizantes granulares mezclados, porque generalmente se ha dispuesto de ellos en formas que son difíciles de granular. Hemos descubierto ahora un procedimiento de producción de un sólido que comprende fosfato amónico muy adecuado, por ejemplo, para su incorporación en composiciones fertilizantes para la producción de fertilizantes mezclados granulares, por ejemplo mediante el procedimiento reivindicado en nuestra solicitud completa copendiente nº 32.398/61 (nº de serie 951.475).
20. Es sabido que para obtener suspensiones de fosfato amónico de consistencia fluidificable con unos contenidos mínimos de humedad, la relación atómica N:P deberá ser del orden de 1,2 a 1,8 porque en estos valores de N:P
- 25.
- 30.



las soluciones de los fosfatos amónicos se encuentran dentro de un valor máximo y las viscosidades de las suspensiones, para un contenido en humedad determinado, en tran dentro de un valor mínimo.

5. De acuerdo con la presente invención, el proce
dimiento de producción de un material sólido que incluye
fosfato amónico de relación atómica N:P de 0,95 a 1,6 en
el que se añaden ácido fosfórico y amoniaco a una suspen
sión acuosa de fosfato amónico de consistencia fluidifi-
10. cable a la temperatura de trabajo y que tiene una rela-
ción atómica N:P comprendida entre 1,2 y 1,8 para formar
más suspensión sustancialmente de igual composición y
concentración y de consistencia fluidificable y se reti-
ra de ella una cantidad de dicha suspensión sustancial-
15. mente equivalente a la producida por la adición del áci-
fosfórico y amoniaco, comprende el mezclado de la canti-
dad de suspensión retirada con una cantidad de un segun-
do líquido o suspensión capaz de amonización por aquella
(es decir, de pH inferior), de manera que el fosfato amó-
20. nico del producto resultante tenga una relación atómica
N:P predeterminada e inferior a la de la suspensión acuo-
sa original de fosfato amónico, siendo tales los conteni-
dos en humedad de la suspensión acuosa retirada y del se-
gundo líquido ó suspensión que el producto resultante se
25. solidifica durante el mezclado, y el tratamiento de di-
cho producto por encima de la temperatura ambiente bajo
unas condiciones tales que afectan al transporte hacia
adelante y a la agitación que implican una repetida expo-
sición de superficies frescas de aquel y durante un pe-
30. riodo de tiempo suficiente para que dicho producto sea



- mente, tiene ordinariamente por resultado una pérdida sustancial de amoníaco, y que para una suspensión acuosa de fosfato amónico de relación atómica N:P inferior a 1,2 aproximadamente, la elevación de temperatura y otros efectos de la mezcla con un segundo líquido ó suspensión capaces de amonización por la suspensión primeramente mencionada son generalmente insuficientes para favorecer la evaporación y cristalización necesarias para la obtención del producto sólido deseado a temperaturas ambientales.
- 5.
- 10.
- Por transporte hacia adelante se entiende el movimiento de la mezcla progresivamente mas seca de los dos líquidos ó suspensiones, respecto al punto de su mezclados.
- 15.
- Por el término "sólido" se entiende una mezcla íntima de partículas sólidas y solución acuosa saturada de ingredientes solubles, en la que la proporción de solución es inferior a aquella a la que hay una sustancial separación de líquido respecto al producto, bajo una presión de 0,4 kg/cm² que se aproxima a las condiciones habituales de almacenamiento. Los niveles máximos de contenido en humedad varían con el tamaño de las partículas sólidas, siendo inferiores con las partículas mayores, y también varían con la composición química. En la siguiente tabla se indican ejemplos de esta última variación para productos obtenidos a partir de roca fosfatada de Nauru.
- 20.
- 25.



Producto que comprende fosfato amónico sólido.			
Relación atómica N:P del fosfato amónico.	Otro componente.	Relación en peso N:P ₂ O ₅ .	Contenido máximo de humedad (%) a 0,4 kg/cm ²
0,95	---	1:4	16
1,0	Sulfato amónico	1:2	12
1,0	Nitrato amónico	1:2	10
1,0	"	1:1	8
1,0	urea	1:2	8
1,0	"	1:1	6

15. Por la relación en peso N:P₂O₅ de un producto, se entiende la relación de los pesos totales de N y P₂O₅ contenidos en el producto en cualquier forma química.

Se comprenderá que la humedad introducida en el procedimiento de la invención no deberá ser tan elevada que impida al producto final ser sólido a temperaturas ambientes.

20. Las operaciones de amonización iniciales permiten el uso, si fuese necesario, de ácido fosfórico de concentración superior a la que puede normalmente amonizarse a unas relaciones atómicas N:P de 1,2 a 1,8 sin tendencia a solidificarse a inferiores relaciones atómicas N:P y a retardar una ulterior reacción.

25. Preferiblemente, el amoniacó añadido presenta la forma gaseosa ó líquida anhidra, pero también son adecuadas las soluciones de amoniacó siempre que el agua in-

30.



introducida por ellas no haga que el contenido en humedad del producto exceda del valor límite por encima del cual el producto deja de ser un sólido a temperaturas ambientales.

5. El segundo líquido o suspensión puede comprender un ácido mineral distinto al ácido fosfórico, por ejemplo ácido nítrico ó ácido sulfúrico, solos o mezclados entre sí y/o con ácido fosfórico. Este ácido ó ácidos pueden estar a su vez parcialmente amoniacados.
10. El uso de tal ácido o ácidos parcialmente amoniacados es particularmente adecuado en el procedimiento de la invención para la producción de materiales sólidos a temperatura ambiente que tengan una relación en $N:P_2O_5$ de 1:2, 1:1 ó 2:1, por ejemplo. La anterior tabla muestra que tales productos tienen un contenido en humedad máximo inferior al producto de una relación en peso $N:P_2O_5$ aproximadamente igual a 1:4, que es sustancialmente fosfato amónico.
- 15.

- Dichos productos de relación en peso $N:P_2O_5$ de 1:2, 1:1 y 2:1, por ejemplo, pueden producirse también introduciendo una sal amónica como sólido ó como solución acuosa concentrada, en la adición del segundo líquido ó suspensión mencionado, ó después de tal adición. Además, o como variante, pueden introducirse compuestos nitrogenados, como por ejemplo urea, en forma sólida o como solución acuosa concentrada, en la adición del segundo líquido o suspensión mencionado ó después de tal adición.
- 20.
- 25.

- Una proporción del citado producto final puede introducirse en el mezclado de dichos líquidos o suspensiones, o después de tal mezclado, para facilitar el rá-
- 30.



- pido desprendimiento de humedad alterando la consistencia de la mezcla de dichos líquidos o suspensiones, para permitir una mayor exposición de la superficie de la mezcla en los aparatos empleados para el mezclado y el desprendimiento de la humedad.
5. Además, pueden añadirse otros materiales sólidos tales como muriato de potasa en el momento de la adición, o después de ella, del segundo líquido o suspensión mencionado, para dar un producto sólido que contenga nitrógeno, fósforo y potasio.
10. Preferiblemente, después del momento del mezclado de dichos líquidos o suspensiones, no hay aplicación de calor externo, a excepción del calor que pueda introducirse por cualesquiera materiales añadidos después del citado momento del mezclado.
15. De acuerdo con una versión de la invención, se produce un fosfato amónico sólido de relación atómica N:P del orden de 0,95 a 1,6 añadiendo ácido fosfórico de "procedimiento en húmedo" de un contenido en P_2O_5 del orden del 35 al 54 % y amoníaco gaseoso a una suspensión acuosa de fosfato amónico, fijándose la relación atómica N:P de la suspensión en el orden de 1,2 a 1,8 y el contenido en humedad de la misma en el orden del 10 al 20 %, en proporciones tales que se forme más suspensión sustancialmente de la misma composición, es decir una relación atómica N:P sustancialmente fija y un contenido en humedad también sustancialmente fijo, retirándose simultáneamente de la suspensión una cantidad sustancialmente equivalente a la producida por la adición del ácido fosfórico y amoníaco, y
20. mezclando la cantidad retirada de suspensión con más ácido
- 25.
- 30.



- fosfórico en unas proporciones tales que el producto así formado se solidifique a la temperatura de trabajo y sea de la deseada relación atómica N:P bajo unas condiciones tales que el contenido en humedad del producto sea de tal modo reducido por evaporación, causada por ejemplo por el calor de la reacción, que el producto sea sólido tal como anteriormente se define, a temperatura ambiente. El procedimiento de la invención se ilustra en los siguientes ejemplos.
- 5.
10. EJEMPLO I.
- Se produce un material sólido, tal como anteriormente se define, de fosfato amónico de una composición media del 10,9 % de N, 50,8 % de P_2O_5 , 9,6 % de H_2O y una relación atómica N:P de 0,95 a razón de 0,6 toneladas por hora, mediante la adición de 40 % de ácido fosfórico de "procedimiento en húmedo" a 24°C y amoníaco gaseoso, a un recipiente de reacción que contiene una suspensión de una composición del 45 % de P_2O_5 , 14 % de H_2O y relación atómica N:P de 1,3 a 1,4 a 114°C. Parte de la suspensión caliente, sustancialmente equivalente a la producida mediante la reacción del ácido fosfórico añadido y del amoníaco rebosa del recipiente de reacción en un extremo de una mezcladora de cubeta hasta un nivel inferior al de su árbol giratorio. También se introduce en el citado extremo de la mezcladora de cubeta suficiente ácido fosfórico de "procedimiento en húmedo" de P_2O_5 al 47,5 % a 66°C para producir una relación atómica N:P global de 0,95. El producto de esta reacción solidifica al pasar a lo largo de la mezcladora y es repetidamente disociado, presentando superficies frescas expuestas me-
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



dante la acción de las palas del árbol giratorio, que fa-
cilita así la separación de humedad, que es arrastrada me-
diante ventilación superior, dando el producto sólido fi-
nal antes mencionado a 69°C, conteniendo un 9,6 % de H₂O.

5. Todas las partes son en peso.

EJEMPLO II.

Se produce como sigue un producto que contiene
fosfato amónico, sólido como anteriormente se define a
temperaturas ambientes, de una composición media del 18,0 %
10. de N, 35,7 % de P₂O₅ y 4,4 % de H₂O y una relación
atómica N:P de 1,0 a razón de media tonelada por hora apro-
ximadamente. Se añaden al recipiente de reacción, que con-
tiene una suspensión del 46,3 % de P₂O₅, un 13,8 % de H₂O
y una relación atómica N:P de 1,3 a 114°C aproximadamente,
15. amoníaco gaseoso y ácido fosfórico de "procedimiento en hú-
medo", añadiéndose el amoníaco y el ácido mencionados en
tales proporciones que produzcan más suspensión de dicha
composición. Rebosan del recipiente de reacción 408,8 ki-
los por hora de la citada suspensión, cantidad sustancial-
20. mente equivalente al ácido fosfórico y al amoníaco añadi-
dos por hora, pasando a una mezcladora de cubeta a un ni-
vel inferior al de su árbol giratorio y en la que se mez-
cla con 181,8 kilos de una solución a 80°C que contiene
un 53,8 % de nitrato amónico y un 27,8 % de NO₃H (es de-
25. cir equivalente al 60 % de amonización de ácido nítrico).
El producto de esta reacción solidifica y se disocia al
pasar a lo largo de la mezcladora, como en el ejemplo I,
para dar el producto sólido final antes mencionado a 70°C.
El desprendimiento de humedad en la mezcladora puede ace-
30. lerarse mediante la adición, poco después del momento de



la mezcla de dicha suspensión y de la solución, de media tonelada de producto final, por ejemplo.

EJEMPLO III.

- Una suspensión a 114°C de relación atómica N:P de 1,3 producida mediante amonización como en el ejemplo I, de un ácido fosfórico de "procedimiento en húmedo" que contiene un 45 % de P₂O₅, rebosa en una mezcladora de cubeta a un nivel inferior al de su árbol giratorio y en la que se mezcla con más ácido fosfórico de dicho contenido en P₂O₅, para dar un material de relación atómica N:P de 1,03 y un contenido en humedad del 9,0 % a 80°C. Al pasar este material a lo largo de la mezcladora, se inyecta amoníaco gaseoso desde abajo para dar un producto final, sólido como queda definido, a temperaturas ambientes, de una composición del 17,0 % de N, 46,3 % de P₂O₅, 3,5 % de H₂O y con una relación atómica N:P de 1,6.

EJEMPLO IV.

- Se produce un material que contiene fosfato amónico, sólido como anteriormente se define a temperatura ambiente y de una composición del 15,8 % de N, 45,3 % de P₂O₅, 10,7 % de SO₄, 3,5 % de H₂O y con una relación atómica N:P de 1,55 mezclando en una mezcladora de cubeta ventilada ácido sulfúrico (94 % de SO₄H₂) en lugar del 47,5% de ácido fosfórico P₂O₅ con una suspensión a 107°C de relación atómica N:P de 1,8, 14,7 % de N, 42,3 % de P₂O₅ y 20,4 % de H₂O, producida mediante amonización, como en el ejemplo I, de un ácido fosfórico de "procedimiento húmedo" que contiene un 35 % de P₂O₅.



N O T A

Descrita suficientemente la naturaleza del inven
to, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe
hacerse constar que las disposiciones anteriormente indica
das son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto
no alteren su principio fundamental; siendo lo que constituye
la esencia del referido invento y por lo que se solicita
Patente de Introducción por 10 años en España, sobre:
"PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE FOSFATO AMONICO SOLIDO";

- 5.
10. 1.- Procedimiento para la fabricación de fosfato amónico sólido, de relación atómica N:P de 0,95 a 1,6 en el que se añaden ácido fosfórico y amoniaco a una suspensión acuosa de fosfato amónico de consistencia fluidificable a la temperatura de trabajo y que tiene una relación atómica N:P comprendida entre 1,2 y 1,8 para formar más suspensión sustancialmente de la misma composición y concentración y de consistencia fluidificable y una cantidad de la citada suspensión sustancialmente equivalente a la producida por la adición del ácido fosfórico y el amoniaco
- 15.
20. es retirada de aquella, caracterizado porque comprende el mezclado de la cantidad de suspensión retirada con una cantidad de un segundo líquido o suspensión capaz de amonización por aquella, es decir, de pH inferior, de manera que el fosfato amónico del producto resultante presente una relación atómica N:P predeterminada e inferior a la de la suspensión acuosa original de fosfato amónico, siendo tales el contenido en humedad de la suspensión acuosa separada y el segundo líquido o suspensión que el producto resultante solidifica durante el mezclado; y el tratamiento de dicho
- 25.
30. producto por encima de la temperatura ambiente y bajo unas



condiciones tales que se efectúa un transporte hacia adelante y una agitación que impliquen una repetida exposición de superficies frescas de aquel y durante un período de tiempo suficiente para que el citado producto sea sólido.

5. 2.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque la citada relación atómica N:P predeterminada es inferior a la requerida para el deseado sólido, tal como anteriormente se define, entonces, después del mezclado de la suspensión de fosfato amónico retirada con el segundo líquido ó suspensión mencionado, se efectúa una amonización después de retirarse suficiente humedad para evitar licuación durante la citada amonización, a fin de producir el citado sólido con la deseada relación atómica N:P.
- 10.
15. 3.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque el segundo líquido ó suspensión comprende por lo menos un ácido mineral.
- 4.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque el segundo líquido o suspensión comprende ácido fosfórico.
- 20.
- 5.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque el segundo líquido o suspensión comprende ácido nítrico ó ácido sulfúrico ó mezclas de los dos.
25. 6.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 3 a 5, caracterizado porque el ácido mineral ó mezclas de ácidos minerales empleado es parcialmente amonizado.
30. 7.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque se introdu-



de una sal amónica en el momento de la adición del segundo líquido o suspensión mencionado ó después de tal adición.

5. 8.- Procedimiento, según la reivindicación 7, caracterizado porque dicha sal amónica se introduce como sólido.

9.- Procedimiento, según la reivindicación 7, caracterizado porque la citada sal amónica se introduce como solución acuosa concentrada.

10. 10.- Procedimiento, según cualquiera de las anteriores reivindicaciones, caracterizado porque se introduce urea en el momento de la adición del segundo líquido o suspensión mencionado ó después de tal adición.

11.- Procedimiento, según la reivindicación 10, caracterizado porque la urea se introduce como sólido.

15. 12.- Procedimiento, según la reivindicación 10, caracterizado porque la urea se introduce como solución concentrada.

20. 13.-" Procedimiento para la fabricación de fosfato amónico sólido", tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria.

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

Madrid, 29 AGO. 1936

SCOTTISH AGRICULTURAL INDUSTRIES LIMITED,

J. GOMEZ ALBO Y ROSSI
p. p. Firmado: F. Hernández Ruiz