

401403

25 ABR 1972



P.-50.592

INVENTOR: 80/5

01429-2048/76
Kb/Mcs

Memoria descriptiva

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE _____
SUBCLASE _____

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de BUDAPESTI MUSZAKI EGYETEM y VEGYTERV
VEGYMUEKET TERVEZO VALLALAT

~~entidad y de nacionalidad~~ entidades húngaras

con domicilio en Müegyetem rakpart 3 y Erzsébet királyné
utja 1/c, respectivamente, ambas en
Budapest, Hungría.

por: "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION, A PARTIR DE MASAS
FUNDIDAS, DE COMPUESTOS Y/O MEZCLAS DE COMPUESTOS ORGANI-
COS E INORGANICOS SOLIDOS Y SECOS"

(Clase Internacional BOLD)

401403

25



El invento concierne a un procedimiento para la preparación de compuestos y/o mezclas de compuestos orgánicos e inorgánicos sólidos, que contienen menos de 1,5% de humedad fijada por adsorción (en lo que sigue designados simplemente como secos), consistentes en partículas individuales, a partir de la fase de masa fundida.

Es sabido que la producción de sustancias orgánicas e inorgánicas hidrófilas (por ejemplo compuestos del tipo de sales, polialcoholes, azúcares) en forma de partículas sólidas anhidras e individuales constituye una misión técnica difícil. Es especialmente complicado preparar las sustancias en forma cristalina, la cual en algunos casos es más ventajosa desde el punto de vista de la aptitud para la utilización.

Las soluciones acuosas saturadas de estos compuestos son muy concentradas - precisamente a causa de la buena solubilidad de los compuestos tomados en consideración -. Al concentrar por evaporación, estas soluciones, a causa del aumento del contenido de sustancia disuelta, se hacen cada vez más viscosas, y por consiguiente la cantidad cada vez menor del agua restante se hace cada vez más difícil de eliminar no sólo por razón de la disminución de la presión de vapor sino también por la razón indicada. Las soluciones concentradas son también sensibles al calor, y por lo tanto no es posible aumentar la eficacia de la deshidratación sólo exclusivamente por calentamiento y alcanzar al mismo tiempo una disminución de viscosidad que facilite la manipulación de la fase líquida.

401403

25 MAR 1972



Por otro lado, durante el enfriamiento las soluciones concentradas calientes o también masas fundidas de los compuestos, la fase líquida se solidifica, pasando por una masa con consistencia melosa, para formar una masa coherente vítrea. Esta masa no cristaliza ni siquiera después de largos períodos de tiempo y su desmenuzamiento exige otras operaciones costosas adicionales tales como trituración y molienda (véase por ejemplo la memoria de patente de la República Democrática Alemana número 49.322 acerca de la preparación de sorbita sólida).

Si se toma en consideración la sensibilidad al calor de las sustancias en cuestión - la cual incluye en sí misma eventualmente también un peligro de explosión - se puede comprender con facilidad que la automatización de tecnologías a gran escala industrial, que incluyen en ellas dichas etapas de procedimiento, se hace extraordinariamente costosa a causa de la necesidad de la incorporación de un gran número de dispositivos de seguridad.

Otra dificultad más consiste en que en la preparación de sistemas consistentes en partículas individuales, las partículas más pequeñas ya formadas tienen la tendencia a "aglutinarse" de nuevo, la cual actualmente sólo puede ser evitada o reducida mediante una cierta combinación de contenidos de agua, de temperaturas y de otras propiedades que en general son difíciles de gobernar y de controlar.

De acuerdo con el procedimiento del invento, los compuestos o mezclas de compuestos orgáni-

401403



cos e inorgánicos en forma de masa fundida, que han de ser producidos en la forma de partículas sólidas individuales, son atomizados en general con aire, pero en caso necesario también con un gas inerte que no reaccione químicamente con la sustancia que ha de ser tratada, por ejemplo nitrógeno, y se hacen chocar las gotitas conjuntamente con partículas de una sustancia de inoculación sólida ya consistente originalmente en partículas individuales. En este caso, las correspondientes condiciones de dispersión son ajustadas no solamente por el modo y la manera de la atomización (tal como las dimensiones del atomizador, la clase, la presión y la temperatura del gas, la temperatura de la masa fundida y la proporción de las cantidades de masa fundida y de gas), con lo cual queda establecido el tamaño de las gotas, y por la sustancia de inoculación (clase, tamaño de partículas), sino separadamente también por introducción de cantidades reguladas de un gas inerte con una temperatura y un contenido de humedad adecuados, es decir que en las dos corrientes de sustancias que circulan en contracorriente se produce una turbulencia conveniente y las deseadas condiciones de choque. En caso necesario, la sustancia tratada es secada o se ajusta un deseado contenido de humedad, y la compensación del calor de evaporación del agua y del calor de cristalización de la fase sólida se llevan a cabo en un procedimiento totalmente continuo, que se puede realizar bajo condiciones constantes. En cantidad de sustancia de inoculación se pueden utilizar, de acuerdo con el procedimiento arriba explicado, el



producto ya preparado o el producto sólido obtenido de otra manera y eventualmente también partículas sólidas con otra composición química. Con el fin de concentrar por evaporación la solución acuosa de la sustancia sólida a preparar, se puede utilizar también el evaporador de película que trabaja a temperaturas relativamente bajas (es decir por lo tanto de modo económico y protegiendo a las sustancias sensibles al calor).

Con el procedimiento de acuerdo con el invento se pueden orillar las desventajas de los procedimientos hasta ahora conocidos - formación de productos vítreos, necesidad de un desmenuzamiento adicional, peligros que resultan de la sensibilidad al calor o del peligro de explosión y disoluciones complicadas-.

Además se hace posible la preparación de un producto que no contiene nada de agua fijada por adsorción pero sí contiene agua de cristalización, así como de un producto consistente en cristales mixtos. Los tiempos necesarios para las operaciones pueden ser acortados de modo esencial. Los costos de inversión y de funcionamiento son más rentables en comparación con los procedimientos hasta ahora conocidos, aunque sólo sea por razón del balance energético más conveniente.

Dependiendo de las condiciones de funcionamiento, naturalmente no es necesario que la sustancia a producir en forma de partículas individuales se encuentre a disposición en forma de masa fundida. Por

401403

25 APR 1972



Lo tanto no es necesario intercalar las etapas de procedimiento que constituyen el objeto del invento en un proceso de producción global (geométrica y cronométricamente) precisamente en el punto en que la sustancia a transformar se presente en estado fundido. La masa fundida ya solidificada puede ser tratada de modo correspondiente al procedimiento del invento también en un punto posterior o en otra factoría después de efectuar una nueva fusión. Esto, naturalmente, constituye una solución menos favorable desde el punto de vista del consumo de energía.

Ejemplo 1

10 kg de una masa fundida de sorbita caliente a 120°C son atomizados en el transcurso de 20 minutos en una cámara de reactor cilíndrica colocada verticalmente (la proporción de la altura del cilindro al diámetro es de 2,5:1) desde abajo hacia arriba por medio de un atomizador neumático que es hecho funcionar con aire puesto bajo una presión de 1,5 atmósferas, el cual es apropiado para la producción de gotitas con diámetros de 15 a 200 μm . La masa fundida sale a través de una tobera o boquilla con un orificio de 1 mm de diámetro. Para la atomización de toda la cantidad de masa fundida se consumen 2,4 m³ en condiciones normales de aire. En la punta de la tapa, estructurada en forma de cono en la parte superior de la cámara de reactor, se dispersan 18 kg de sorbita sólida, que contiene 0,57% de humedad, con diámetros de partículas



menores de 1,5 mm por medio de una corriente de aire
(en total 30 m³ en condiciones normales) introducido
a una temperatura de 75°C (la humedad relativa del
aire es menor de 35% a 20°C). El producto que se se-
5 dimenta se acumula en el fondo de la cámara de reactor.
Después de reposar durante 5 minutos, la sustancia fá-
cil de pulverizar es retirada del reactor en estado
dispuesto para el envasado. La parte del producto que
tiene diámetros de granos inferiores a 1,5 mm (24,5
10 kg) es separada por tamizado y los restantes 3,5 kg
son molidos en un molino de martillos. La estructura
cristalina de las fracciones del producto fué investi-
gada por ensayos de difracción de Rayos X. Las distan-
cias de planos reticulares d calculadas tomando como
15 base las tres líneas más intensas son, en orden de
sucesión de intensidad decreciente:

1. 4,870 Å
2. 3,097 Å
3. 3,504 Å

20 Estas distancias de planos reticulares
coinciden con los datos de la bibliografía.

Ejemplo 2

Se repite el procedimiento indicado en
el Ejemplo 1 bajo condiciones inalteradas, pero en
25 lugar de la sorbita sólida a introducir por arriba se
utilizan 18 kg del producto obtenido según el Ejemplo

401403



1 (contenido de humedad 0,65%). En este caso resultan
24,2 kg del producto con diámetros de partículas infe-
riores a 1,5 mm y 3,8 kg del mismo con diámetros de
partículas superiores a 1,5 mm. El producto tiene tam-
5 bién una estructura cristalina.

Ejemplo 3

Se repite el procedimiento indicado en el
Ejemplo 1 en el mismo aparato y bajo las mismas condi-
ciones de atomización, pero en lugar de sorbita se uti-
10 lizan 10 kg de una masa fundida de glucosa caliente a
155°C y por arriba se agregan 18,5 kg de una glucosa
que contiene 0,30% de humedad con tamaños de granos
inferiores a 0,5 mm. A partir del producto obtenido,
que contiene 0,35% de humedad, se pueden recuperar
15 26,3 kg de una fracción con tamaños de granos inferio-
res a 0,5 mm y 2,5 kg de una fracción con tamaños de
granos superiores a 0,5 mm. Esta última fracción es
molido en un molino de martillos. La estructura cris-
talina de los productos fué investigada por ensayos
20 de difracción de rayos X. Las distancias de planos re-
ticulares d calculadas tomando como base las tres lí-
neas más intensas ascienden, en el orden de sucesión
de intensidad decreciente:

1. 4,46 Å
2. 3,86 Å
- 25 3. 3,11 Å

El resultado coincide bien con los datos
indicados en la tabla ASTM número 2-224.

401403



Ejemplo 4

Se repite el procedimiento indicado en el Ejemplo 1 en el mismo aparato, pero en lugar de sorbita se emplea nitrato de cal $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$. El nitrato de cal tiene la siguiente composición:

	$\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$	82,9%
	H_2O (agua de cristalización)	12,5%
	NH_4NO_3	4,3%
10	Resto	<u>0,3%</u>
		100,0%

La masa fundida caliente a 135°C , preparada a partir de 15 kg de nitrato de cal, es atomizada con $5,4 \text{ m}^3$ en condiciones normales de aire bajo una presión de 2,5 atmósferas, mientras que por arriba se introducen 32,5 kg del nitrato de cal sólido procedente de la misma carga que tiene diámetros de partículas de 2 a 3 mm junto con 52 m^3 en condiciones normales de aire a 70°C . El producto obtenido tiene un contenido de agua (agua de cristalización) de 11,8% y pasa totalmente a través de un tamiz con una anchura de mallas de 3 mm.

Ejemplo 5

Se repite el procedimiento indicado en el Ejemplo 1 en el mismo aparato, pero en lugar de sorbita

401403



se emplea un llamado fertilizante artificial doble. El fertilizante artificial doble tiene la siguiente composición:

	$\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$	10,3%
5	CaHPO_4	25,9%
	$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$	1,4%
	CaF_2	2,8%
	NH_4NO_3	54,9%
	H_2O	1,2%
10	Resto y residuo de disgregación	<u>3,5%</u>
		100,0%

15 15 kg de fertilizante artificial doble industrial son fundidos y atomizados a 160°C con 6,5 m³ en condiciones normales de aire puesto bajo una presión de 3,0 atmósferas, mientras que por arriba se introducen 31 kg de fertilizante artificial doble sólido con tamaños de partículas de 2 a 3 mm y el contenido de humedad arriba indicado junto con 48 m³ en condiciones normales de aire a 65°C. El producto obtenido 20 tiene un contenido de agua de 1,3% y pasa totalmente a través de un tamiz con una anchura de mallas de 3 mm.

Ejemplo 6

25 El procedimiento indicado en el Ejemplo 1 es repetido, en el aparato indicado, con acetato de sodio. En el transcurso de dos horas se incorporan por



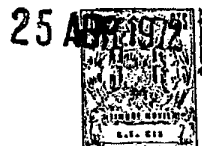
atomización 660 kg de una masa fundida de acetato de sodio trihidratado (p. de f. 59°C) con 24 m³ en condiciones normales en total de aire puesto bajo una presión de 3 atmósferas, siendo la masa fundida precalentada a 80°C. Por arriba se introducen en total 60 kg de acetato de sodio sólido trihidratado con tamaños de partículas por debajo de 0,4 mm. 75% de esta cantidad consiste en el producto obtenido mediante el procedimiento propiamente dicho. El reflujo medio de producto es de 9%. Se obtiene un producto cristalino poco aglutinable con la composición media $\text{NaCH}_3\text{COO} (2,95-3,05)\text{H}_2\text{O}$. 80% del producto consiste en partículas con diámetros de 0,4 a 0,8 mm, mientras que 2% del producto tiene tamaños de partículas por encima de 0,8 mm y 18% del mismo tiene tamaños de partículas por debajo de 0,4 mm.

La identificación o la determinación de la composición se efectúan por un método termogravimétrico.

Ejemplo 7

El procedimiento indicado en el Ejemplo 6 es repetido en el mismo aparato y con los mismos dispositivos auxiliares con el fin de preparar acetato de sodio anhidro de la siguiente manera: en el transcurso de 2 horas se atomizan 600 kg de una masa fundida, preparada a partir de acetato de sodio anhidro y precalentada a 120°C, con 72 m³ en condiciones normales en total de aire puesto bajo una presión de 3,0 atmós-

401403



feras. Por arriba se añaden en total 6,8 kg de acetato de sodio anhidro sólido (contenido de humedad 0,8 %) con tamaños de partículas de 0,3 a 0,5 mm. El reflujo medio de producto es de 12%. La temperatura del
5 aire que penetra por arriba es de 130°C, y se introducen de éste 210 m³ en condiciones normales. El producto es blanco, poroso, fácilmente pulverizable y contiene en promedio 1,1% de humedad. 92% del producto consiste en partículas con diámetros de 0,3 a 0,6
10 mm, mientras que 3% del producto tiene tamaños de partículas por debajo de 0,3 mm y 5% del mismo tiene tamaños de partículas por debajo de 0,6 mm.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Hungría, el 2 de Abril de 1971, con el
15 número BU-561, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

REIVINDICACIONES

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

1.- Procedimiento para la preparación, a

mc

22.4.72



partir de masas fundidas, de compuestos y/o mezclas de compuestos orgánicos e inorgánicos sólidos y secos, que contienen menos de 1,5% de humedad fijada por adsorción, que consisten en partículas individuales, caracterizado porque se hace chocar una sustancia de inoculación sólida dispersada conjuntamente con las gotitas formadas por atomización de la masa fundida en una corriente de gas inerte de 20 a 80°C, cuyo contenido de humedad es ajustado eventualmente a un determinado valor, se retira el producto sólido formado y eventualmente se devuelve al proceso una parte del mismo como sustancia de inoculación, mientras que la parte restante, eventualmente después de clasificación, se obtiene como producto terminado.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el procedimiento se realiza de modo continuo.

3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque en calidad de sustancia de inoculación se utiliza una sustancia sólida preparada de manera conocida por otros procedimientos.

4.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque para la puesta en marcha del proceso se introduce la sustancia de inoculación en forma de un producto sólido preparado de manera conocida por otros procedimientos, y después de la puesta en marcha del proceso se devuelve como reflujo por el contrario 10 a 80% del producto ya formado en calidad de sustancia de inoculación.

5.- Procedimiento según las reivindicaciones

mlc

401403



5 ciones 1, 2 y 3 ó 1, 2 y 4 para la preparación de productos que contienen agua de cristalización, caracterizado porque en calidad de sustancia de inoculación se utiliza una sustancia sólida que contiene agua de cristalización.

6.- Procedimiento según las reivindicaciones 1, 2 y 3 ó 1, 2 y 4 ó 1, 2, 3 y 5 ó 1, 2, 4 y 5, para la preparación de productos macroscópicamente homogéneos consistentes en cristales mixtos, caracterizada porque en calidad de sustancia de inoculación se utiliza también una sustancia sólida con estructura de cristales mixtos.

7.- Procedimiento para la preparación, a partir de masas fundidas, de compuestos y/o mezclas de compuestos orgánicos e inorgánicos sólidos y secos.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

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

20

Madrid,
P.A.

25 ABR 1972

Alberto de Eizaburu
For For

file

JJV

22.4.72

- 14 -