



401775

Int. Cl.: B 01 J

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: THE DOW CHEMICAL COMPANY

RESIDENCIA: 929 East Main Street, MIDLAND,

Michigan, U.S.A.

ENUNCIADO: "UN METODO PARA LA PREPARACION DE PIER

IAS A PARTIR DE UNA SUSTANCIA FUNDIDA

O LIQUIDA".

Prioridad: Patente estadounidense n.º 134.651 del 16.4.71

401775



1. Esta invención se refiere a un método y a un aparato para la preparación de perlas a partir de una sustancia líquida o fundida.

5 Varios métodos de formación de perlas muy conocidos en la técnica comprenden el uso de torres enfriadoras que son comúnmente denominadas "torres de perlado". En general, en estos métodos, los líquidos fundidos o una suspensión se dejan caer o se inyectan como gotitas a través de boquillas u otros dispositivos en una corriente de aire o de
10 otro medio gaseoso que está más frío que la temperatura de alimentación de la masa fundida a la torre de perlado. Los procesos de formación de perlas de este tipo exigen un aparato costoso y complicado y requieren el control de muchas variables críticas comprendida la turbulencia del flujo de
15 aire y la distancia de caída para evitar la deposición de gotitas de masa fundida sobre las paredes de la torre.

En otros procedimientos de la técnica anterior, habitualmente la solución fundida se deja caer, se pulveriza o se inyecta a través de boquillas, inyectores o rejillas sobre la superficie de una columna de un baño líquido mantenido a una temperatura inferior al punto de solidificación del líquido fundido. Las gotitas de masa fundida se dejan descen-
20 der a través del baño líquido, típicamente agua o un aceite mineral, que es de densidad suficiente para retrasar adecuadamente la caída de las gotitas a su través hasta que se congelan en forma relativamente esférica. El control cuidadoso de la eliminación de calor en el baño requiere que la temperatura y la densidad del baño estén bien reguladas de manera que cada gotita permanezca en el baño aproximadamente el
25 mismo tiempo; un enfriamiento demasiado pequeño puede con-
30

401775⁴



1 ducir a la aglomeración de gotitas con cáscaras de espesor
insuficiente. Normalmente, la presión en el interior del
baño debe ser superior a la presión de vapor del líquido
del baño a la temperatura de la gotita fundida. A presio-
5 nes más bajas, la posible ebullición en el momento del con-
tacto inicial de la gotita fundida y la superficie del ba-
ño puede hacer que la gotita "flote" momentáneamente. De
esta retención o retraso sobre la superficie del baño sur-
ge la indeseable posibilidad de coalescencia con las siguien-
10 tes gotitas.

 En otros procedimientos de la técnica anterior,
se introducen unas delgadas corrientes o gotitas de líqui-
do fundido en la parte superior de una vasija cilíndrica
de un baño líquido arremolinado, mantenido a una tempera-
15 tura inferior al punto de solidificación del líquido fun-
dido. A medida que las gotitas descienden siguiendo una
trayectoria helicoidal en tirabuzón, el equilibrio de las
fuerzas de aglomeración y de inercia disruptora produce
unas perlas de tamaño casi uniforme. Un inconveniente adi-
20 cional que habitualmente acompaña a estos procedimientos
es que el producto obtenido no es generalmente esférico y
con frecuencia contiene cavidades superficiales que hacen
que la perla sea más quebradiza y más difícil de secar.

 Por consiguiente, creemos que es evidente la con-
25 veniencia de un método más versátil y económico para la for-
mación de perlas a partir de diversas sustancias fundidas
y líquidas, especialmente cuando se forman perlas con sus-
tancias fundidas o líquidas que tienen tendencia a sobre-
enfriarse en lugar de solidificar a la temperatura de soli-
30 ficación.

401775¹⁴



1 dificación normal por enfriamiento y especialmente cuando
el intervalo de tamaños de las perlas preparadas puede ser
controlado si se desea.

5 De acuerdo con esta invención, se proporciona un
nuevo método y aparato para la preparación de perlas a par-
tir de una sustancia fundida o líquida. En general, el apa-
rato de esta invención comprende, en combinación, una vasi-
ja en cuyo interior se encuentra un dispositivo giratorio
de cizalladura y montado sobre la misma un dispositivo de
10 alimentación de fluidos. El dispositivo de alimentación de
fluidos comprende un elemento tubular que define una cámara
a través de la cual se prolonga una conducción para ha-
cer pasar una sustancia fundida o líquida a su través. El
dispositivo de alimentación de fluidos está dispuesto de ma-
15 nera que el extremo alimentador de la conducción queda co-
locado muy cerca de dicho dispositivo de cizalladura. La
vasija está provista además de medios de refrigeración in-
terna o externa, un respiradero y uno o más tabiques planos
situados verticalmente sobre la pared interior de la vasija.
20 También se utiliza una conducción para introducir un medio
líquido y una conducción para sacar el producto en forma de
suspensión de perlas solidificadas, comunicando operativamen-
te con dicha vasija. También se proveen unos medios que co-
munican operativamente con dicha cámara tubular del dispo-
25 sitivo alimentador de fluido para introducir y sacar un me-
dio caliente.

30 Esta invención se refiere a un método para prepa-
rar perlas a partir de una sustancia fundida o líquida, ca-
racterizado por introducir una corriente de la sustancia

401775⁴



1 fundida o líquida en un medio líquido que no es miscible
con la sustancia y que se mantiene a una temperatura infe-
rior a la de solidificación de la sustancia y cizallar la
corriente de la sustancia para formar gotitas e iniciar la
5 cristalización de la sustancia.

La suspensión así producida es adecuada para uso
en otras secuencias y operaciones de reacción o, convenien-
temente, las perlas pueden ser separadas mediante procesos
convencionales de separación de sólidos/líquidos, secadas
10 y utilizadas sin posterior tratamiento.

En el sentido utilizado en esta memoria, el térmi-
no "suspensión" se refiere a un líquido en el que se encuen-
tra suspendido un material en fase sólida, es decir, las
perlas. El término "perla" se utiliza en su sentido ordina-
rio y significa un pequeño glóbulo, botón de material o go-
tita solidificada. En el sentido utilizado aquí, el término
15 "medio líquido" significa cualquier líquido o gas licuado
que no se pueda mezclar, es decir que sea inmisible, con
la sustancia fundida o líquida que está siendo perlada y en
20 el que la gotita o perla solidificada no se disuelve.

Las sustancias que puede ser tratadas de acuerdo
con esta invención son aquéllas que pueden ser preparadas
en formas fundidas o líquidas, comprendidas las soluciones
y las suspensiones concentradas, de fluidez adecuada para
25 su introducción en la vasija de perlado. Son sustancias o
materiales ilustrativos que pueden ser perlados de acuerdo
con esta invención los materiales como, por ejemplo, urea,
pirolizados de urea, azufre, nitrato amónico, sulfato amóni-
co, fosfato monoamónico o diamónico, cloruro potásico o cál-
30 cico, fosfato potásico, nitrato potásico, nitrato sódico,



1 hidróxidos de metales alcalinos y otras diversas solucio-
nes, productos químicos fusibles o mezclas de cualquiera
de estos materiales competibles entre sí o con otros mate-
riales.

5 El procedimiento es especialmente adecuado para
formar perlas a partir de sustancias fundidas o líquidas
como, por ejemplo, urea o pirolizados de urea, que tienen
tendencia a sobreenfriarse, en ausencia de un esfuerzo de
cizalla suficiente, en lugar de solidificar por enfriamien-
10 to al punto de solidificación normal. Los pirolizados de
urea, por ejemplo pirolizados que contienen predominantemen-
te urea y biuret y pequeñas cantidades de otros productos
de autocondensación como ácido cianúrico, triuret o ameli-
da, que pueden ser perlados de acuerdo con esta invención
15 generalmente presentan un contenido en urea superior al 35%
aproximadamente; los pirolizados de urea que contienen can-
tidades menores de urea son habitualmente espesos, menos mó-
viles y muy difíciles de bombear.

20 En la puesta en práctica del método de esta inven-
ción, es esencial que el medio líquido se mantenga a tempe-
raturas inferiores al punto de solidificación de la sustan-
cia fundida o líquida que está siendo introducida en el mis-
mo. También es esencial que la corriente de dicha sustancia
que es introducida sea cizallada por dicho dispositivo de
25 cizalladura con una tensión de cizalla suficiente para ini-
ciar la cristalización de dicha sustancia con objeto de re-
ducir el tiempo de solidificación de la misma en el medio
líquido enfriado. En ausencia de una tensión de cizalla su-
ficiente para iniciar la cristalización, la sustancia puede
30 no solidificar sino sobreenfriarse y formar un estado vítreo

4017754



1. o solidificar bruscamente en forma de una gran masa que se
adhiera al dispositivo de cizalladura y a las paredes de
la vasija cuando se alcanza una concentración suficiente
para producir la cristalización. La falta de esfuerzo de ci-
5 zalla suficiente para iniciar la cristalización también pue-
de conducir a una coalescencia indeseable de la sustancia
y posterior solidificación y aglomeración en terrones cuan-
do la temperatura del medio líquido no puede ser mantenida
a una temperatura suficientemente baja para enfriar y soli-
10 dificar rápidamente dicha sustancia.

El dispositivo rotatorio de cizalladura de esta
invención comprende una turbina de cualquier tamaño deseado
que contiene por lo menos un elemento en forma de aleta que
puede ser de configuración plana o angular. Normalmente, el
15 elemento en forma de aleta de la turbina tiene una longitud
comprendida entre 2,5 y 30 cm y una anchura de 1,25 a 15 cm.
También pueden emplearse elementos en forma de aleta cuya
anchura varía entre 1,25 y 15 cm en la punta de base y cuya
longitud varía entre 7,5 y 30 cm, en los que uno o los dos
20 bordes de ataque van adelgazándose gradualmente desde la
punta de base ancha hasta una punta de aleta estrecha con una
anchura de 0,63 a 7,5 cm.

El esfuerzo de cizalla comunicado a la sustancia
cuando se introduce en el medio líquido depende, naturalmen-
25 te, del punto de introducción de la sustancia desde el dis-
positivo de alimentación del fluido respecto al dispositivo
de cizalladura y del esfuerzo de cizalladura comunicado por
la velocidad del dispositivo de cizalladura rotatorio. En
funcionamiento, el dispositivo de alimentación de fluido
30 puede estar situado de forma que la sustancia fundida o lí-

401775 14 SEP 1972



1 quida sea introducida en un punto tan próximo al dispositivo de
cizalladura como sea posible alcanzar sin, naturalmente, pro
ducir el contacto efectivo entre el dispositivo de alimentación
del fluido y los elementos en forma de aletas del dispositi
5 vo de cizalladura. En general, el punto de introducción de
la sustancia fundida o líquida desde el dispositivo de ali
mentación de fluido directamente al medio líquido varía des
de un punto situado entre 1,25 cm y 20 cm del borde de ata
que superior o inferior del elemento de la turbina en forma
10 de aleta.

Así, cuando la sustancia es introducida desde el
dispositivo de alimentación de fluidos en un punto tan pró
ximo como sea posible al dispositivo de cizalladura sin es
tablecer un contacto efectivo con el mismo, es suficiente una
15 velocidad de la punta de la aleta de alrededor de 305 a
1220 m/minuto para iniciar la cristalización deseada de la
sustancia. A medida que el punto de introducción de la sus
tancia se aleja de este punto próximo, naturalmente serán
necesarias unas velocidades más altas de la punta de la ale
20 ta para comunicar a la sustancia el esfuerzo de cizalla de
seado. En general, puede conseguirse un esfuerzo de cizalla
suficiente sobre la sustancia haciendo funcionar el disposi
tivo de cizalladura a una velocidad de la punta de la aleta
comprendida entre 305 y 2135 m/minuto. En una realización
25 preferida, la sustancia es introducida en un punto situado
a una distancia comprendida entre 1,25 y 15 cm del disposi
tivo de cizalladura y este último funciona a una velocidad
de la punta de la aleta comprendida entre 762 y 2135 m/minuto.

30 En general, la sustancia fundida o líquida puede
ser introducida desde el dispositivo de alimentación de

401775⁴



1 fluidos en un punto situado encima o debajo del borde de
la aleta y en una zona situada entre la base y la punta del
elemento en forma de aleta del dispositivo de cizalladura.
Las sustancias con una densidad mayor que la densidad del
5 medio líquido son habitualmente introducidas desde un punto
situado sobre el dispositivo de cizalladura mientras que
las que tienen menos densidad que el medio líquido son in-
troducidas desde un punto situado debajo del dispositivo de
10 cizalladura. Con objeto de obtener el máximo esfuerzo de ci-
zalla comunicado por el dispositivo de cizalladura, general-
mente se prefiere que el dispositivo de alimentación de
fluidos esté situado de forma que la sustancia sea introdu-
cida en puntos comprendidos aproximadamente entre el centro
15 y la punta externa del borde superior o inferior del elemen-
to en forma de aleta y desde un ángulo aproximadamente o ca-
si perpendicular al borde de ataque del elemento en forma
de aleta. En una realización preferida, el punto de intro-
ducción de la sustancia se encuentra cerca de la punta ex-
terna del borde inferior o superior del elemento en forma
20 de aleta. En otra realización preferida, el dispositivo de
alimentación de fluidos está situado formando un ángulo
aproximadamente o casi perpendicular al borde de ataque del
elemento en forma de aleta y en alineación vertical con el
elemento en forma de aleta citado.

25 En la puesta en práctica del método de esta inven-
ción, es además esencial que el medio líquido empleado sea
mantenido a temperaturas inferiores al punto de solidifica-
ción de la sustancia fundida o líquida particular que está
siendo introducida en el mismo. Estas temperaturas son nece-
30 sarias para garantizar que tanto el calor latente como el

401775



14 APR 1972

1 calor de cristalización de la sustancia cizallada son absor-
bidos por el medio líquido de forma que la sustancia pueda
solidificar rápidamente en perlas discretas; de otro modo,
la sustancia podría coalescer y solidificar en terrones co-
5 mo ya se ha indicado. En general, se emplean medios líqui-
dos que pueden ser mantenidos a temperaturas comprendidas
entre 0° y 175°C. El mantenimiento de medios líquidos a tem-
peraturas inferiores a 0°C resulta económicamente prohibi-
tivo debido a las grandes cantidades de energía necesarias
10 para mantener estas bajas temperaturas. El mantenimiento
del medio líquido a temperaturas superiores a 175°C también
es ineficaz ya que la velocidad de alimentación de la sus-
tancia debe ser reducida con objeto de permitir una absor-
ción suficiente del calor latente y del calor de cristaliza-
15 ción antes indicados.

En una realización preferida, el medio líquido es
mantenido a temperaturas sustancialmente inferiores al pun-
to de solidificación de la sustancia a partir de la cual
están siendo preparadas las perlas, permitiendo así una ma-
20 yor velocidad de alimentación de la sustancia y dando lugar
a una suspensión que contiene una mayor densidad de perlas
solidificadas. En general, pueden prepararse suspensiones
que contienen de 5 a 95 % en peso de perlas solidificadas;
sin embargo, se prefieren unas densidades de la suspensión
25 del 10 al 50 %.

En otra realización preferida, en la preparación
de perlas a partir de urea o pirolizados de urea fundidos,
se emplean como medio líquido los hidrocarburos saturados,
de cadena lineal o ramificada, de la serie de los alcanos
30 conteniendo de 8 a 12 átomos de carbono o mezclas de los mis-

401775



1. mos. Un medio líquido especialmente preferido para la prepa-
ración de perlas a partir de urea o pirolizados de urea es
una mezcla de hidrocarburos isoparafínicos de 8 y 9 átomos
de carbono, que preferiblemente se mantiene en la vasija a
5 temperaturas comprendidas entre 25° y menos de 135°C. Cuan-
do se preparan perlas a partir de soluciones, por ejemplo
de cloruro cálcico o de hidróxido sódico, son especialmente
útiles como medios líquidos los hidrocarburos halogenados,
especialmente los que contienen uno o más átomos de flúor
10 y con unos puntos de ebullición próximos a la temperatura
ambiente o más altos, como, por ejemplo, tricloromonofluor-
metano o 1,1,2-tricloro-1,2,2-trifluoretano.

En una realización adicional de esta invención, el
dispositivo de alimentación de fluidos está montado de forma
15 móvil sobre la vasija para introducir selectivamente la sus-
tancia fundida o líquida en la misma. Controlando selectiva-
mente el punto de introducción de la sustancia y variando se-
lectivamente la velocidad del dispositivo de cizalladura,
puede controlarse un intervalo deseado en el tamaño de las
20 perlas preparadas. Así, cuando se desea un intervalo de ta-
maños extraordinariamente fino de las perlas, el dispositi-
vo de cizalladura funciona a velocidades de la punta de la
aleta más altas, comprendidas entre 762 y 2135 m/minuto y
la sustancia es introducida en un punto próximo a la punta
25 externa y a una distancia de 1,25 cm o menos del elemento
en forma de aleta del dispositivo de cizalladura. En estas
operaciones, se obtienen unos tamaños de perla sustancial-
mente comprendidos entre 0,177 y 1,68 mm y más pequeños.
Inversamente, haciendo funcionar el dispositivo de cizalla-
30 dura a velocidades de la punta más bajas y variando el pun-

401775⁴



1 to de introducción de la masa fundida dirigiéndolo hacia
afuera del dispositivo de cizalladura, pueden obtenerse
tamaños de perla mayores, sustancialmente en un intervalo
de 1,00 a 4,76 mm o mayores. Aunque se pueden obtener tama-
5 ños de perlas mayores empleando el método y el aparato de
esta invención, como se ha descrito, normalmente se desean
obtener los tamaños de perla más pequeños comprendidos en-
tre 0,42 y 1,68 mm y menores para facilidad de extracción
de la suspensión de la vasija de perlado, así como para el
10 uso posterior de la propia suspensión en nuevas secuencias
de reacción u operaciones. Los tamaños menores de perla
también son habitualmente interesantes cuando las perlas
tienen que ser recuperadas de la suspensión y utilizadas.

15 Esta invención también es económica y beneficiosa
debido a que el método y el aparato pueden ser empleados
para operaciones de perlado continuas y discontinuas. Sin
embargo, se prefiere la operación continua. En estas opera-
ciones continuas, el aparato puede ser operado adiabática-
mente a una presión aproximadamente igual a la atmosférica,
20 introduciendo continuamente la sustancia fundida o líquida
y medio líquido adicional en la vasija, a relaciones cal-
culadas para mantener la temperatura del medio líquido conte-
nido en ella por debajo del punto de solidificación de la
sustancia introducida y extrayendo la suspensión producida
25 a una velocidad calculada para mantener un nivel y una tem-
peratura casi constantes en la vasija de perlado. Estas ve-
locidades son fácilmente determinables por los expertos en
la técnica.

30 Cuando se desee pueden utilizarse operaciones dis-
continuas, por ejemplo para preparar diversos tamaños de



1 perla del mismo material o pequeñas cantidades de una se-
rie de diferentes productos. La densidad de perla en la sus-
pensión obtenida dependerá, naturalmente, de la naturaleza
del medio líquido y de la sustancia que está siendo perla-
5 da así como de la cantidad de suspensión que puede conte-
ner la vasija particular empleada. La extracción de la sus-
pensión en las operaciones discontinuas puede realizarse
cómodamente bombeando la suspensión desde la vasija mien-
tras se continúa agregando medio líquido después de haber
10 interrumpido la alimentación de sustancia, hasta que toda
la suspensión de perlas solidificadas es prácticamente saca-
da de la vasija.

El aparato adaptado para uso en la práctica de es-
ta invención, en una forma preferida, está ilustrado esque-
15 máticamente en el dibujo que acompaña a esta memoria en el
que:

La Figura 1 es una sección vertical de un aparato
de la invención;

20 La Figura 2 es una sección transversal del apar-
to de la Figura 1 tomada por la línea 2-2;

La Figura 3 es una sección vertical del dispositi-
vo de alimentación de fluidos de la Figura 1;

25 La Figura 4 es una sección transversal del dispo-
sitivo de alimentación de fluidos de la Figura 3 tomada so-
bre la línea 4-4 y

La Figura 5 es una vista detallada que ilustra una
modificación del dispositivo de cizalladura y del dispositi-
vo de alimentación ilustrados en la Figura 1.

30 Refiriéndonos a las figuras con más detalle, el
aparato ilustrado en las Figuras 1-4 comprende una vasija 10

401775



1972

1 para retener selectivamente un medio líquido 11 y con una
camisa externa 12 acoplada a la pared periférica de la va-
sija 10 que define entre ambas una cámara 13. Los conductos
14 y 15 permiten la circulación de agua u otro medio refri-
5 gerante a través de la cámara 13. Sobre la parte superior
de la vasija 10 se encuentra situado un respiradero 16 para
evitar la acumulación de una presión excesiva en su inte-
rior por los subproductos liberados y sobre la pared inte-
rior de la vasija 10 se encuentran dispuestos verticalmente
10 y separados una pluralidad de tabiques 17 para contribuir
al control del remolino. Los conductos 18 y 19 que comunican
operativamente con dicha vasija tienen por objeto introducir
el medio líquido 11 en la vasija 10. Un dispositivo de ciza-
lladura 20, que es girado con el eje 21 por cualquier medio
15 convencional (no mostrado), está situado en la vasija 10 se-
parado de la misma. El dispositivo de cizalladura 20 com-
prende una turbina 22 con una pluralidad de elementos en
forma de aleta 23 unidos a la misma, teniendo cada aleta un
borde superior 24 y un borde inferior 24a.

20 El dispositivo alimentador de fluidos 25 comprende
un elemento tubular 26 con un extremo superior 27 y un ex-
tremo inferior 28, definiendo además dicho elemento tubular
26 una cámara 29 dentro de aquél. El conducto 30 para pasar
una sustancia fundida o líquida desde una fuente de abaste-
25 cimiento (no mostrada) se prolonga desde el extremo superior
27 al elemento tubular 26 a través de la cámara 29 hasta el
extremo inferior 28 de dicho elemento 26. El dispositivo de
alimentación de fluidos 25 está montado de forma móvil so-
bre la vasija 10 para colocar selectivamente el extremo in-
30 ferior 28 del mismo en un punto próximo al borde superior

401775



1

24 del elemento en forma de aleta 23. El dispositivo 25 está montado de forma móvil sobre la vasija 10 mediante un accesorio roscado externamente 33 colocado sobre el dispositivo de alimentación de fluidos 25, que se rosca con un accesorio correspondientemente roscado (no mostrado) en la vasija 10. Los conductos 31 y 32 que comunican operativamente con la cámara 29 del elemento tubular 26 permiten la circulación de vapor de agua o de otro medio de calefacción alrededor del conducto 30.

5

10

La Figura 5 ilustra un tipo angular modificado del elemento en forma de aleta 37 con un borde superior 38 y un borde inferior 38a que puede ser empleado en la turbina 22 del dispositivo de cizalladura 20. El dispositivo de alimentación de fluidos 25 montado en forma móvil sobre la vasija 10 está situado selectivamente de forma que el extremo inferior 28 del mismo está cerca del borde superior 38 del elemento en forma de aleta 37 angular modificado.

15

20

Para sacar la suspensión de medio líquido y perlas solidificadas se utiliza un dispositivo de extracción de suspensiones 34 que comunica operativamente con la vasija 10, que comprende un conducto 36 con un elemento terminal 35 de mayor diámetro que el del conducto, siendo el diámetro interno del elemento 35 igual o mayor que el diámetro interno del conducto 36.

25

30

Durante el funcionamiento del aparato descrito, se introduce una sustancia fundida o líquida a un caudal controlado por el conducto 30 que atraviesa el dispositivo de alimentación de fluidos 25. Mientras se está introduciendo la sustancia a través del conducto 30, es preferible hacer pasar vapor de agua, a un caudal y a una temperatura controla

401775



1 dos, a través del conducto 31 hasta la cámara 29 del dis-
positivo de alimentación de fluidos 25 y hacerlo circular
allí alrededor del conducto 30, evitando con ello la soli-
dificación de la sustancia en el conducto 30 antes de ser
5 descargada del mismo. El objeto del conducto 32 es sacar
vapor de agua del extremo inferior 28 del dispositivo ali-
mentador de fluidos, garantizando así que toda la longitud
del conducto 30 que atraviesa la cámara 29 es adecuadamente
calentada.

10 La sustancia se descarga del conducto 30 por el
extremo inferior 28 del dispositivo alimentador de fluidos
25 en el medio líquido 11 contenido en la vasija 10, en un
punto previamente determinado próximo al borde 24 del ele-
mento en forma de aleta 23. El dispositivo de cizalladura
15 20 se hace funcionar a la velocidad de la punta de la ale-
ta que proporciona un esfuerzo de cizalla suficiente para
iniciar la cristalización de la sustancia cizallada que des-
pués es solidificada en el medio líquido 11. La suspensión
de perlas solidificadas se saca de la vasija 10 a través
del dispositivo extractor de suspensiones 34.

25 En una operación preferida de esta invención, el
aparato se hace funcionar sobre una base adiabática conti-
nua. Para operar así, el medio líquido de los conductos 18
y 19 y la sustancia fundida o líquida del conducto 30 son
introducidos en la vasija 10 que contiene el medio líquido
11 de forma continua, a caudales controlados, de manera que
se mantenga la temperatura del medio líquido 11 en la vasi-
ja 10 por debajo del punto de solidificación de la sustan-
30 cia que está siendo introducida en todo momento. La extrac-

401775



1 ción del medio líquido que contiene las perlas solidifica-
das se retrasa habitualmente, después de haber iniciado el
proceso, durante un periodo de tiempo necesario para permi-
tir alcanzar la densidad deseada de perlas solidificadas
5 en el medio líquido. Una vez que se ha alcanzado la densi-
dad deseada de perlas en el medio líquido, la suspensión es
extraída continuamente, a una velocidad calculada para man-
tener en general en un valor prácticamente constante la den-
sidad de las perlas en la suspensión y el volumen y la tem-
10 peratura del medio líquido en la vasija 10. En otros proce-
dimientos posibles, el caudal de introducción del medio lí-
quido puede ser reducido o interrumpido durante el tiempo
en el cual la densidad de las perlas en el medio líquido
está siendo aumentada hasta el nivel deseado. El periodo du-
15 rante el cual la adición de medio líquido es reducida o in-
terrumpida, naturalmente, puede ser mantenido solamente
siempre que la temperatura del medio líquido en la vasija
se mantenga por debajo del punto de solidificación de la
sustancia que está siendo introducida en la misma.

20 En las operaciones discontinuas, la sustancia fun-
dida o líquida puede ser introducida en la vasija 10 duran-
te un periodo de tiempo suficiente para obtener la cantidad
deseada de perlas. La velocidad de adición de la sustancia
es regulada, junto con el caudal del medio líquido adicio-
25 nal, de manera que se mantenga la temperatura del medio en
la vasija por debajo del punto de solidificación de la sus-
tancia. La suspensión es sacada de la vasija 10 continuando
la introducción de medio líquido después de haber introdu-
cido la cantidad deseada de sustancia fundida o líquida,
30 hasta que la suspensión de perlas solidificadas ha sido sus-

401775



1 tancialmente sacada de la vasija 10.

En otras operaciones, el dispositivo de extracción de suspensiones 34 puede ser empleado para regular el tamaño de las perlas solidificadas que se sacan de la vasija 10, si así se desea. Aumentando el diámetro interno del elemento 35, pueden sacarse las perlas de intervalo de tamaños menor mientras que las perlas de un intervalo de tamaños mayor pueden ser sacadas reduciendo el diámetro interno del elemento 35. Cuando solamente se sacan perlas de un intervalo de tamaños pequeño, el tamaño de las perlas mayores que permanecen en la vasija 10 es reducido allí por atrición.

Aunque pueden utilizarse en la fabricación del aparato de perlado materiales como aceros inoxidables y similares, habitualmente se puede hacer uso en el equipo de hierro o acero ordinario sin excesiva corrosión. Cuando se hace circular a través del dispositivo alimentador de fluidos un medio de calefacción como vapor de agua, con frecuencia se prefiere que el dispositivo sea fabricado con acero inoxidable. También pueden emplearse serpentines de refrigeración interna si así se desea. La selección de los materiales que pueden resistir a los materiales y a las condiciones particulares implicados en el perlado de diferentes masas fundidas puede ser realizada fácilmente por los expertos en la técnica.

Los siguientes ejemplos ilustran esta invención. Todos los valores de malla se refieren a los tamaños de tamices de las normas estadounidenses.

30

401775 14 MAR 1972



1

EJEMPLO 1

5

10

15

20

25

30

En este ejemplo, el aparato utilizado es el mostrado en general en las Figuras 1-4. Un pirolizado de urea fundido (alrededor de 40 % de urea y 50 % de biuret) a una temperatura de unos 135°C, se introduce a un caudal de 3,55 kg/minuto aproximadamente a través del dispositivo de alimentación de fluidos y se descarga del mismo en el medio líquido de una fracción de hidrocarburos isoparafínicos constituida fundamentalmente por alcanos de cadena ramificada de 8 átomos de carbono, contenida en la vasija y a una temperatura comprendida entre 25° y 35°C, encontrándose el punto de descarga del pirolizado de urea fundido a unos 23 mm por encima del borde y cerca del centro del elemento en forma de aleta de la turbina. La turbina, que está provista de cuatro aletas cada una de ellas de 38 mm de longitud y alrededor de 19 mm de anchura, tiene un diámetro global que mide alrededor de 20 cm y funciona a una velocidad de la punta de la aleta del orden de 700 m/minuto. A esta velocidad, la sustancia fundida introducida es cizallada con un esfuerzo de cizalla suficiente para iniciar la cristalización de la misma y dispersarla y solidificarla en el medio líquido.

Durante el proceso, que se hizo funcionar en forma continua durante 1,5 horas aproximadamente, se hace circular agua a una temperatura de unos 20°C a través de la cámara de la vasija provista de camisa y un medio líquido adicional a una temperatura de 25° a 35°C es introducido continuamente en la vasija a un caudal controlado de unos 8,1 kg/minuto con objeto de mantener la temperatura del me-

401775



1 dio líquido en su interior en un valor de 75°C aproximada-
 mente. Continuamente se saca a través del conducto de ex-
 tracción una suspensión de medio líquido y perlas solidifi-
 cadas, después de un periodo de retención de 10 a 15 minu-
 5 tos, a una velocidad correspondiente a la introducción de
 sustancia fundida y medio líquido en la vasija.

La suspensión producida tiene una temperatura de
 unos 75°C cuando se descarga de la vasija y contiene alre-
 dedor de 30,5 % en peso de perlas solidificadas, de las cua
 10 les alrededor del 82,2 % atraviesan un tamiz de 12 mallas
 de las normas estadounidenses (apertura del tamiz, 1,68 mm),
 después de la recuperación de la suspensión por procesos de
 separación de sólido/líquido. La distribución de tamaños de
 las perlas solidificadas obtenidas era prácticamente la si-
 15 guiente:

	<u>% en peso</u>
1-12 mallas (1,68-25 mm)	17,8 %
12-18 mallas (1,00-1,68 mm)	47,7 %
18-30 mallas (0,59-1,00 mm)	28,8 %
20 30-80 mallas (0,177-0,59 mm)	5,5 %
atraviesan 80 mallas (<0,177 mm)	0,2 %

EJEMPLO 2

Se repiten los procedimientos del Ejemplo 1, a ex-
 cepción de que el pirolizado de urea fundida (alrededor de
 25 137°C) y el medio líquido (alrededor de 25°C) se introducen
 a unos caudales de 2,64 kg/minuto y 11,3 litros/minuto, res-
 pectivamente. La turbina funciona a una velocidad de la pun-
 ta de unos 922 m/minuto y la operación de perlado se lleva
 30 a cabo continuamente a los caudales citados durante 1 hora

401775¹⁴



1 aproximadamente. La suspensión producida tiene una tempera-
 2 tura de unos 78°C cuando se descarga de la vasija de perla-
 3 do. Se encuentra que alrededor del 98 % de las perlas soli-
 4 dificadas, que constituyen alrededor del 24,5 % en peso de
 5 la suspensión, atraviesan un tamiz de 12 mallas de las nor-
 6 mas estadounidenses (apertura del tamiz 1,68 mm) después
 7 de separadas y recuperadas de la suspensión. La distribu-
 8 ción de tamaños de las perlas recuperadas es prácticamente
 9 la siguiente:

	<u>% en peso</u>
1-12 mallas (1,68-25 mm)	2,06 %
12-18 mallas (1,00-1,68 mm)	21,59 %
18-40 mallas (0,42-1,00 mm)	64,42 %
40-80 mallas (0,177-0,42 mm)	8,73 %
15 atraviesan 80 mallas (<0,177 mm)	3,20 %

EJEMPLO 3

Una urea fundida es perlada como en el Ejemplo 1,
 introduciéndose la urea fundida (alrededor de 138°C) y el
 medio líquido (alrededor de 25°C) a unos caudales de 3,15
 20 kg/minuto y 11,3 litros/minuto, respectivamente. La turbina
 funciona a una velocidad de la punta de unos 700 m/minuto
 y la operación de perlado se lleva a cabo continuamente a
 los caudales citados durante media hora aproximadamente.
 25 La suspensión producida, que tiene una temperatura de unos
 75°C cuando se saca de la vasija de perlado, contiene alre-
 dedor del 28 % en peso de perlas solidificadas. Alrededor
 del 95,86 % en peso de las perlas recuperadas atraviesa un
 tamiz de 12 mallas (1,68 mm). La distribución de tamaños
 30 de las perlas es el siguiente:

401775

14



	<u>% en peso</u>
1-12 mallas (1,68-25 mm)	4,14
12-18 mallas (1,00-1,68 mm)	15,54
18-40 mallas (0,42-1,00 mm)	53,00
5 40-80 mallas (0,177-0,42 mm)	20,17
atraviesan 80 mallas (<0,177 mm)	7,15

EJEMPLO 4

En este ejemplo, el aparato utilizado es el mostrado en las Figuras 1-4, a excepción de que el equipo es mayor que en nuestros ejemplos anteriores y la vasija no lleva camisa de refrigeración. Se introduce un pirolizado de urea fundida (alrededor de 40 % de urea y 50 % de biuret) a una temperatura de unos 135°C y a un caudal de unos 26,1 kg/minuto a través del dispositivo alimentador de fluidos y se descarga del mismo en el medio líquido contenido en la vasija que está a una temperatura comprendida entre 25° y 35°C aproximadamente, encontrándose la punta de descarga del pirolizado de urea fundido a unos 2,5 cm por encima del borde y cerca del centro del elemento en forma de aleta de la turbina. La turbina, que está provista de cuatro aletas con una longitud de 15 cm y una anchura de 7,5 cm cada una, tiene un diámetro global de unos 85 cm y funciona a una velocidad de la punta de la aleta de unos 786 m/minuto. A esta velocidad, la sustancia fundida introducida es cizallada con un esfuerzo de cizalla suficiente para iniciar la cristalización de la misma y dispersarla y solidificarla en el medio líquido.

Durante todo el proceso, que funciona de forma continua, se introduce en la vasija medio líquido preenfriado

401775 14



1 adicional (enfriado porque es reciclado) a una temperatura
 de 25° a 35°C y a un caudal controlado de unos 175 kg/minu-
 to, con objeto de mantener la temperatura del medio líqui-
 do en el interior en un valor de 50°C aproximadamente. Al
 5 cabo de un periodo de retención de unos 15 minutos se saca
 continuamente a través del conducto de extracción una sus-
 pensión de medio líquido y perlas solidificadas, a una ve-
 locidad correspondiente a la introducción de sustancia fun-
 dida y medio líquido en la vasija.

10 La suspensión producida tiene una temperatura de
 unos 50°C cuando se descarga de la vasija y contiene alre-
 dedor de 13 % en peso de perlas solidificadas, de las cua-
 les alrededor de 34,6 % atraviesan un tamiz de 12 mallas
 de las normas estadounidenses (1,68 mm) después de ser re-
 15 cuperadas de la suspensión por procedimientos de separación
 de sólido/líquido. La distribución nominal de las perlas
 solidificadas obtenidas es prácticamente la siguiente:

	<u>% en peso</u>
1-12 mallas (1,68-25 mm)	65,4
20 12-20 mallas (0,84-1,68 mm)	26,8
atraviesan 20 mallas (<0,84 mm)	7,8

EJEMPLO 5

Este ejemplo se realiza prácticamente de la misma
 forma y en la misma vasija que el Ejemplo 4, con las siguien-
 25 tes excepciones. La turbina se cambia por la mostrada en la
 Figura 5, a excepción de que lleva seis aletas en lugar de
 cuatro. Cada aleta tiene una longitud de 15 cm y una anchu-
 ra de 31,8 mm que disminuye hasta 6,3 mm. El diámetro glo-
 bal entre las puntas de las aletas es de 132 cm. La turbina
 30 funciona a una velocidad de las puntas de 1203 m/minuto.

401775



1972

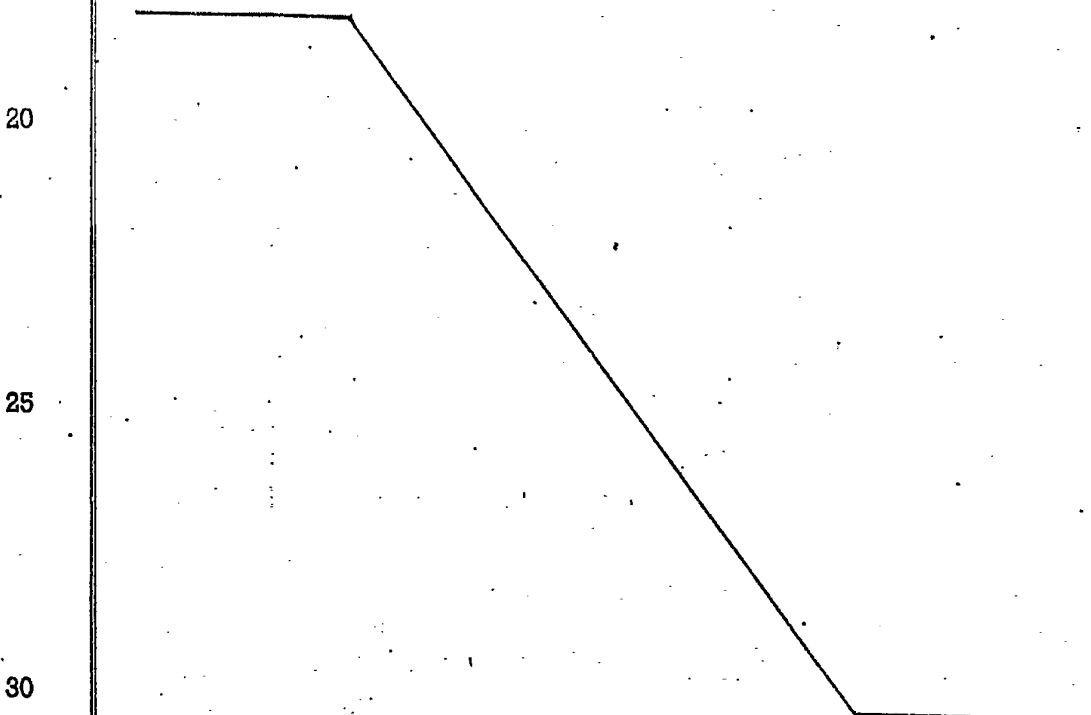
1 La velocidad de alimentación de pirolizado de urea
fundido es alrededor de 26 kg/minuto. La temperatura de la
alimentación de pirolizado de urea y el caudal y la tempe-
ratura del medio líquido son prácticamente iguales a las
5 del Ejemplo 4.

La alimentación fundida se introduce junto a la
punta de la aleta de la turbina, a una distancia de 2,5 cm
aproximadamente por encima de la punta.

10 La distribución nominal de las perlas solidifica-
das obtenidas es prácticamente la siguiente:

	<u>% en peso</u>
1-12 mallas (1,68-25 mm)	41,5
12-20 mallas (0,84-1,68 mm)	44,5
20-40 mallas (0,42-0,84 mm)	9,9
15 atraviesan 40 mallas (<0,42 mm)	4,1

En resumen, la Patente de Invención que se solici-
ta deberá recaer sobre las siguientes:



401775

14 MAR 1958

REIVINDICACIONES

1

5

1. Un método para la preparación de perlas a partir de una sustancia fundida o líquida, caracterizado por introducir una corriente de la sustancia fundida o líquida en un medio líquido que no es miscible con la sustancia y que se mantiene a una temperatura inferior a la de solidificación de la sustancia y cizallar la corriente de la sustancia para formar gotitas e iniciar la cristalización de la misma.

10

2. Un método según la Reivindicación 1, en el que la cizalladura es efectuada haciendo funcionar un elemento giratorio en forma de aleta a una velocidad de la punta comprendida entre 305 y 2135 m/minuto.

15

3. Un método según la Reivindicación 1, en el que la cizalladura se efectúa haciendo funcionar un elemento giratorio en forma de aleta a una velocidad de la punta comprendida entre 305 y 1220 m/minuto.

20

4. Un método según las Reivindicaciones 2 o 3, en el que la sustancia fundida o líquida es introducida en el medio líquido en un punto situado a una distancia del elemento en forma de aleta comprendida entre 1,25 y 20 cm.

25

5. Un método según la Reivindicación 1, en el que la sustancia fundida o líquida es tal que, al ser enfriada, se sobreenfria en lugar de solidificar a su temperatura de solidificación normal.

6. Un método según la Reivindicación 5, en el que la sustancia fundida o líquida es urea o un pirolizado de urea.

30

7. Un método según la Reivindicación 5, en el que el medio líquido es un hidrocarburo de cadena lineal o ra-

401775



1 mificada de la serie de los alcanos, conteniendo de 8 a 12 átomos de carbono, o una mezcla de los mismos.

5 8. Un método según la Reivindicación 6, en el que el medio líquido es una mezcla de hidrocarburos isoparafínicos de 8 y 9 átomos de carbono.

9. Un método según la Reivindicación 8, en el que el medio líquido se mantiene a una temperatura comprendida entre 25°C y menos de 135°C.

10 10. Un método según la Reivindicación 6, en el que la cizalladura se efectua haciendo funcionar un elemento giratorio en forma de aleta a una velocidad de la punta comprendida entre 762 y 2135 m/minuto y la sustancia fundida o líquida es introducida en el medio líquido en un punto situado a una distancia de 1,25-15 cm del elemento en forma de aleta.

15 11. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita:
UN METODO PARA LA PREPARACION DE PERLAS A PARTIR DE UNA SUSTANCIA FUNDIDA O LIQUIDA.

20 Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente memoria descriptiva que consta de veintiseis páginas mecanografiadas y dibujos que se acompañan.

Madrid, 14 de abril 1972
BERNARDO UNGRIA
p.p.

25

30

401775

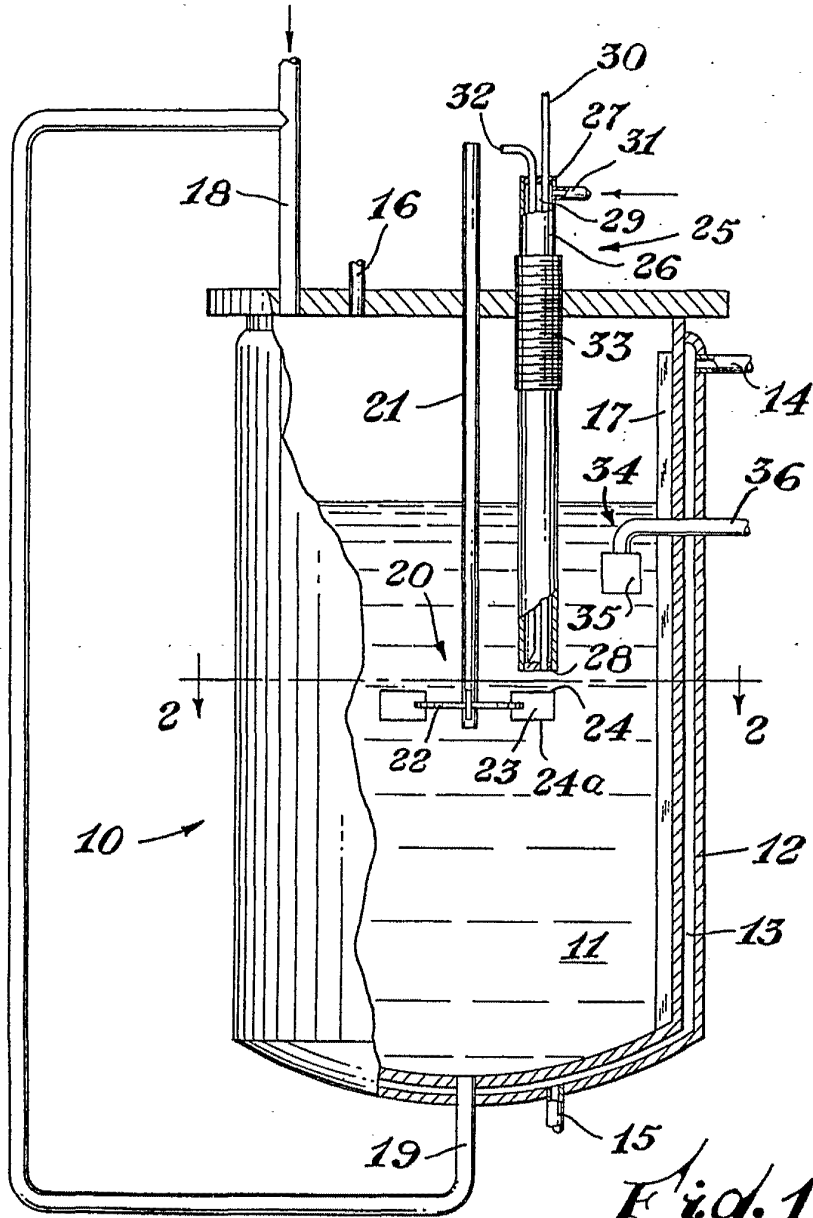


Fig. 1

ESPECIA VARIABLE
MADRID, 14 DE abril DE 1972
BERNARDÓ UJARRÍA
P. P.

401775

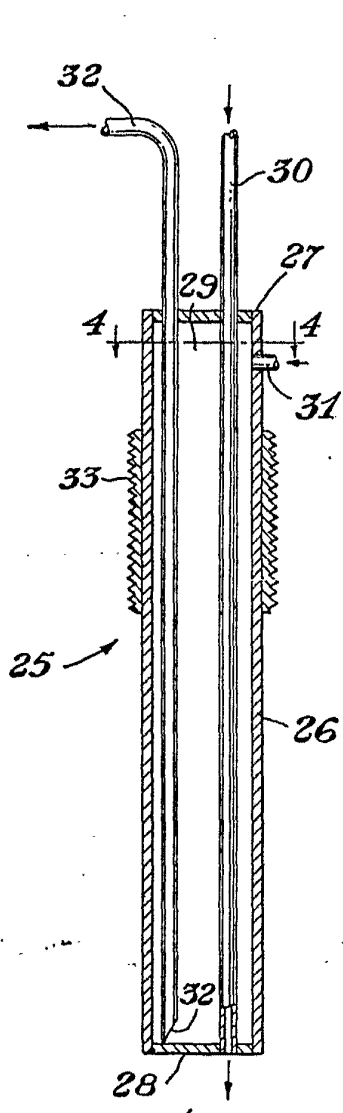


Fig. 3

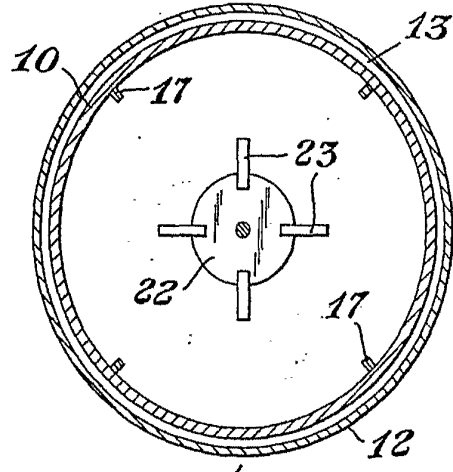


Fig. 2

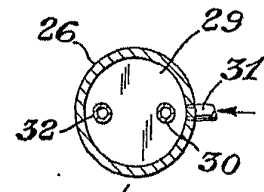


Fig. 4

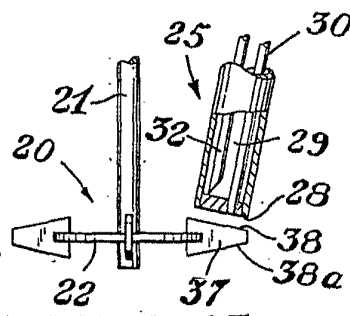


Fig. 5

ESCALA VARIABLE
DE 10/10, 14 DE abril DE 1972
BERNARDO UNGRÍA
P. P.