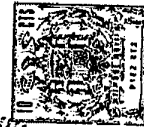


414393

PATENTE DE INVENCION
=====

Ref: ICI CASE B.25003-SPAIN.

Int. Cl. ² : C07F//A23K



Memoria Descriptiva

sobre:

Procedimiento para preparar cristales sustancialmente secos de sales de adición de ácidos inorgánicos de úrea.

=====

Solicitante: IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED, entidad inglesa, residente en Imperial Chemical House, Millbank, Londres, S.W.1., Inglaterra.

=====

El presente invento se refiere a un procedimiento para la preparación de sales de adición de ácidos inorgánicos de la urea, particularmente fosfato de urea. El procedimiento puede ser operado intermitentemente o de manera continua, pero es preferentemente ope

5.

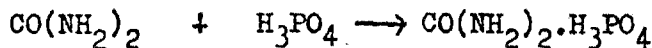


414393

rado en forma continua.

El fosfato de urea está formado por la reacción (que es exotérmica) de cantidades sustancialmente equimoleculares de urea y ácido fosfórico conforme a la ecuación:

5.



y rinde ponderalmente en análisis:

$$\text{N} = 17,7 \%$$

$$\text{P}_2\text{O}_5 = 44,9 \%$$

10.

El fosfato de urea es conocido y utilizado como fertilizante y como un alimento para animales, particularmente rumiantes. Cuando se lo emplea como un alimento, naturalmente, debe hallarse sustancialmente libre de impurezas nocivas, en particular del fluoro que normalmente se encuentra en el ácido fosfórico comercial, y por esta razón debe emplearse ácido fosfórico libre de fluoro, sustancialmente puro, para la fabricación del fosfato de urea tipo alimento.

15.

20.

Se ha encontrado ahora que es posible obtener cristales sustancialmente secos de fosfato de urea mediante un procedimiento que consiste en una sola etapa, y que preferentemente se opera de manera continua, introduciendo urea y ácido fosfórico en un tambor longitudinal para reaccionar dos o más ingredientes, y del tipo que tiene cerca o en un extremo del mismo por lo menos una entrada para cada ingrediente o al menos una entrada para los ingredientes pre-mezclados, al menos un eje longitudinal girable provisto con paletas o similar que agitan e impulsan los ingredientes mezclados y al producto resultante a través del tambor hacia y a través de una descarga del producto ubicada en o cerca del otro extremo.

25.

30.



5. del tambor, y medios para hacer pasar gas calentado (particularmente aire) a través del tambor. Los tambores de este tipo se emplean frecuentemente dispuestos en un pequeño ángulo de por lo menos hasta 15° respecto de la horizontal, incliniéndose hacia arriba desde el extremo de entrada hasta el extremo de salida.

10. Como se ha expresado anteriormente, la urea y el ácido fosfórico deben ser introducidos en cantidades sustancialmente equimoleculares, pero se ha encontrado que pre-seleccionando sus concentraciones y temperaturas, el calor generado por la reacción y la cristalización elimina su contenido de humedad el cual es barrido del tambor por el aire. Si los dos ingredientes se introducen separadamente, pasan a lo largo del tambor y son primeramente mezclados de manera íntima y reaccionan; a medida que se elimina la humedad, comienzan a formarse y crecer, y luego continúan, los cristales de fosfato de urea, y los últimos vestigios de humedad son eliminados antes que se descarguen los cristales secos de fosfato de urea a través de la salida del producto. El tambor actúa así en función no solamente de un mezclador pero también de un reactor, cristalizador y secador.

25. No obstante, se prefiere pre-mezclar a la urea y ácido fosfórico en un recipiente separado de pre-mezcla e introducir a esta última a través de por lo menos una entrada para la misma (lo cual reemplaza así a las entradas separadas para la urea y el ácido fosfórico). El empleo de un recipiente pre-mezclador usurpa en parte la función de mezclado y reacción del tambor, pero simplifica y mejora el análisis de la mezcla y, por lo tanto, el control de todo el proceso.

30. El aire, que preferentemente está precalentado a fin



de que el tamaño del tambor pueda ser menor, puede ser pasado a través de este último mediante una entrada y una salida, tanto en contracorriente o en sentido coincidente respecto del movimiento de la mezcla en el tambor, pero se prefiere introducirlo dentro de este último a través de una pluralidad de orificios o una rejilla dispuesta en la parte inferior del tambor.

5. Este tambor se encuentra provisto de preferencia con una camisa calefactora que mantiene a la carcasa del mismo a una temperatura elevada que preferentemente no excede los 100°C.

10. Para evitar la eliminación de excesiva humedad durante el proceso, se prefiere usar tanto ácido fosfórico cuanto urea, en forma concentrada. El ácido fosfórico tiene preferentemente una concentración de 50 % a 70 % de P_2O_5 (particularmente entre 64 % y 69 % de P_2O_5) y, dependiendo de su fuente y concentración, puede ser calentado o tratado a temperatura ambiente. La urea se encuentra preferentemente entre la forma de una solución acuosa al 80 % y aproximadamente 110°C y una fusión anhidra a aproximadamente 132°C, pero se prefiere emplear una solución acuosa de aproximadamente 90 % a una temperatura de 125°C aproximadamente.

15. Por lo tanto, el presente invento provee un procedimiento para la fabricación de cristales sustancialmente secos de sales de adición de ácidos inorgánicos de la urea, que comprende introducir en un tambor del tipo descrito, una solución concentrada o fusión de urea a una temperatura comprendida entre aproximadamente 110°C y 132°C, y un ácido inorgánico concentrado, empleándose la urea y el ácido en cantidades sustancialmente equimoleculares, agitando al tambor e

20.

25.

30.



impeliendo la mezcla, y la sal de adición de ácido inorgánico resultante de la urea, hacia la descarga del producto en tanto que se hace pasar simultáneamente un gas calentado a través del tambor.

5. Una realización del invento se encuentra ilustrada en el dibujo acompañante que muestra, convencionalmente, un tambor 1 del tipo descrito, inclinado en un ligero ángulo con respecto a la horizontal, y provisto con un eje girable 2 que lleva paletas de mezcla e impulsoras 3. Se alimenta continuamente a este tambor con una solución acuosa de urea al 90 % y una temperatura de 115°C a través de una entrada 4 en tanto que una cantidad equimolecular de ácido fosfórico concentrado (64 % a 69 % P_2O_5) preferentemente a temperatura superior a la ambiente, es continuamente alimentado al tambor a través de la entrada 5. Se hace pasar aire precalentado en contracorriente a través del tambor por una entrada 6 y una salida 7.
- 10.
- 15.
20. La urea y el ácido fosfórico se mezclan íntimamente mediante el eje y las paletas 3 y reaccionan, generando calor para formar fosfato de urea que comienza a cristalizar. A medida que los cristales son impulsados a través del tambor mediante las paletas 3, continúan su crecimiento al tiempo que se van secando, y son finalmente descargados del tambor a través del orificio 8.
25. Conforme a una realización alternativa del invento (no ilustrada) la urea y el ácido fosfórico son pre-mezclados en un recipiente de mezcla ubicado fuera del tambor, y esta mezcla es introducida al tambor a través de una de las entradas, por ejemplo la entrada 4, eliminándose la entrada 5. Esto permite un análisis simple y exacto de la mezcla y el control co
- 30.



respondiente también simple y exacto del procedimiento.

5. Como se ha mencionado anteriormente, el aire calentado puede ser introducido en contracorriente o en sentido coincidente con el desplazamiento de la mezcla, pero se prefiere introducirlo a través de orificios (no ilustrados) provistos en la parte inferior del tambor.

También se prefiere proveer al tambor con una camisa calefactora (no ilustrada) que mantiene a la carcasa del mismo a una temperatura que no excede los 100°C.

10. Conforme a un ejemplo típico de una producción continua en planta para la obtención de fosfato de urea, se emplea un tambor cilíndrico de 6 metros de largo y 1,70 metros de diámetro, inclinado en un ángulo de 5° respecto de la horizontal. El aire caliente se hizo pasar en contracorriente a través del tambor.

Las corrientes de carga del tambor fueron:

Acido Fosfórico: 90 % H_3PO_4 a 35°C..... 310 kg/hr.

Urea: 90 % solución a 115°C... 190 kg/hr.

20. El producto rendido fué de 450 kg/hr de fosfato de urea cristalino y libremente fluyente a 30°C hasta 35°C, con un contenido de humedad ligeramente inferior a 0,7 %.

Aún cuando el invento se ha descrito con referencia al ácido fosfórico, resulta igualmente aplicable para otros ácidos inorgánicos, particularmente ácido sulfúrico.

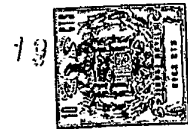
25. - N O T A -

30. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas, son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el

Rey



- invento corresponde a una Solicitud de Patente, presentada en Inglaterra el 4 de mayo de 1972, bajo el número 20848/72, y completada el 18 de abril de 1973, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR CRISTALES SUSTANCIALMENTE SECOS DE SALES DE ADICION DE ACIDOS INORGANICOS DE UREA; caracterizándose por lo siguiente:
- 5.
10. 1ª.- Procedimiento para preparar cristales sustancialmente secos de sales de adición de ácidos inorgánicos de urea, caracterizado porque comprende introducir en un tambor una solución o fundido de urea, concentrada, a una temperatura entre 110 y 132°C aproximadamente, y un ácido inorgánico
15. concentrado, utilizándose la urea y el ácido en cantidades sustancialmente equimoleculares; y hacer que el tambor agite e impulse la mezcla y la sal de adición de ácido inorgánico resultante de urea hacia la salida de producto a la vez que se pasa simultáneamente un gas caliente a través del tambor.
20. 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la urea y el ácido se introducen por separado en el tambor.
25. 3ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la urea y el ácido se premezclan y se introducen conjuntamente en el tambor.
30. 4ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el gas caliente se introduce en el tambor a través de orificios pulverizados proporcionados en la parte inferior del tambor.
- 5ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindi-
- Roz*



caciones anteriores, caracterizado porque la concentración de urea oscila desde una solución acuosa al 80 % hasta un fundido anhidro.

5. 6ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el ácido es ácido fosfórico.

7ª.- Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque el ácido fosfórico tiene un contenido en P_2O_5 entre 50 y 70 %.

10. 8ª.- Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado porque el ácido fosfórico tiene un contenido en P_2O_5 entre 64 y 69 %.

15. 9ª.- Procedimiento para preparar cristales sustancialmente secos de sales de adición de ácidos inorgánicos de urea, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria e ilustrado en el adjunto dibujo.

Esta Memoria consta de 8 hojas, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid 19 JUN. 1973

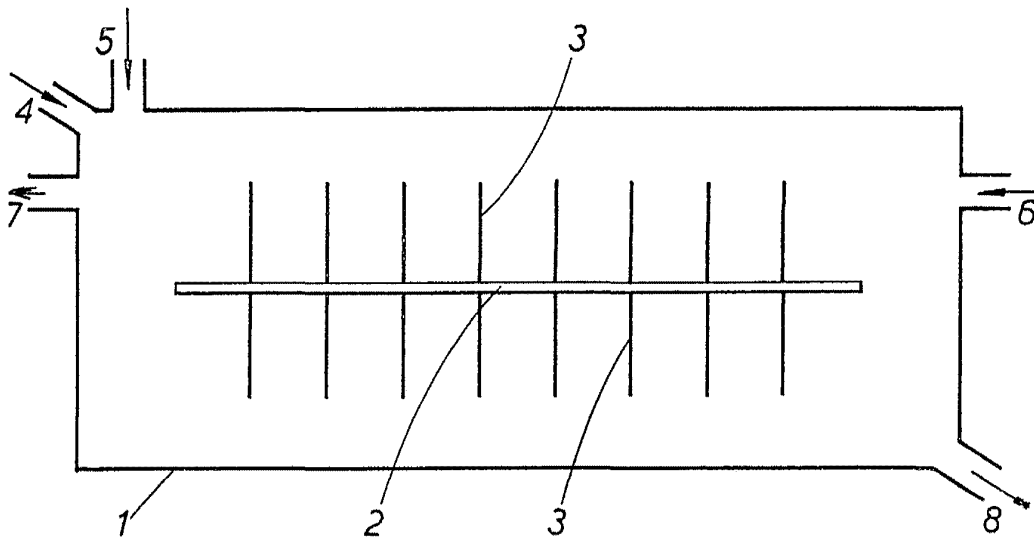
20. IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED

J. GOMEZ ACEBO Y NUÑEZ
p. p. Firmado L. García Escudé

414393



ESCALA
VARIABLE



15 JUN 1973

Handwritten signature