

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA

Registro de la Propiedad Industrial



ESPAÑA

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

(19) ES	(11) NUMERO 459.177	(10) A1
(21)	(23) FECHA DE PRESENTACION 26 ABR. 1978	

20 OCT. 1978

PATENTE DE INVENCION

(30) PRIORIDADES: (31) NUMERO 7704686	(32) FECHA 28 Abril 1977	(33) PAIS Holanda
--	------------------------------------	-----------------------------

(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL B01S 2/30 ; C05C 1/02	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA ***
--------------------------	--	---

(54) TITULO DE LA INVENCION
"Procedimiento para la preparación de graneles de fertilizantes que contienen nitrato amónico"

(71) SOLICITANTE (S)
COMPAGNIE BELGIANNAISE DE L'AZOTE (Société Anonyme)

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
Louisaelen 149, Bruselas, Bélgica

(72) INVENTOR
Villy Henri Prudent Van Hylfte, Rafael Armand Josef Goethals, Anton Elias y Gerardus Florisandus van der Sijpe

(73) TITULAR (ES)

(74) REPRESENTANTE
H. Carell Sotol

Dr/AE 7709-210
EE-01-11

BAD ORIGINAL

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

por VEINTE años

- solicitada en España a favor de COMPAGNIE NÉERLANDAISE DE L'AZOTE (Société Anonyme), de nacionalidad belga, domiciliada en Louizalaan 149, Bruselas, Bélgica, por "Procedimiento para la preparación de grageas de fertilizantes que contienen nitrato amónico", con prioridad de la solicitud holandesa 7704686 de fecha 28 Abril 1977. - - - - -

MEMORIA DESCRIPTIVA

- Esta invención se refiere a la preparación de grageas
10. [en esta memoria, la expresión "grageas" debe entenderse en un sentido amplio, que incluye, por ejemplo, los cuerpos cristalinos, las grageas propiamente dichas ("pellets") las granzas ("prills") y similares] de fertilizantes que contienen nitrato amónico y que tienen mejores propiedades que las conocidas, respecto al almacenaje y al transporte. - - - - -

- Los fertilizantes que contienen nitrato amónico, tanto en sacos como a granel, presentan una fuerte tendencia a apelmazarse durante el almacenaje. Cuando están almacenadas a granel en una atmósfera húmeda, las grageas que quedan
20. en la superficie de la pila absorben rápidamente humedad que gradualmente profundiza por la pila, de modo que se forma una

capa húmeda que puede tener un espesor de por ejemplo 5-80 cm, según las condiciones climatológicas y la duración del almacenaje. Las grageas de la pila húmeda se apelmazan o pegan las unas a las otras y pierden parcialmente su estructura y finalmente la capa húmeda se convierte en una costra dura como la piedra. - - - - -

Se ha propuesto reducir la tendencia al apelmazado de las grageas de fertilizantes que contienen nitrato amónico por medio del rociado de las grageas, en un tambor rotativo de recubrimiento, con una mezcla de una alquilamina que contiene 12-18 átomos de carbono y un aceite mineral. Debido al movimiento de rodadura y de frotado de las grageas en el tambor rotativo, la mezcla de amina y aceite se reparte por la superficie de las grageas y se produce un recubrimiento más o menos uniforme. Las grageas así tratadas presentan una menor tendencia a la absorción de humedad y al apelmazado pero raramente la presentan hasta el punto de que el producto pueda fluir libremente después de un almacenaje prolongado. A fin de mejorar aún las propiedades de almacenaje, las grageas se espolvorean normalmente con un polvo inorgánico fino, tal como caolín, tierra de diatomeas o yeso, ya sea antes o después de recubrimiento con la mezcla de amina y aceite. Una desventaja de este proceso es que se produce un producto polvoriento que plantea problemas durante las manipulaciones industriales tales como el reenvasado, la disposición en sacos o bolsas de plástico, el cargado a granel y el

transporte neumático. - - - - -

5. Durante la manipulación de las grageas de fertilizante libres, debido al frotamiento y al golpeo de las grageas entre sí, se forma polvo, una fracción del cual es tan fina que flotará en el aire. Este polvo volante puede constituir una carga tal de la atmósfera de trabajo que provoque serios inconvenientes al personal afectado. Si las grageas han sido rociadas con una mezcla de amina y de aceite, el fino polvo volante contendrá partículas de amina liberadas por

10. la mutua fricción de las grageas. En tal caso el polvo volante puede contener hasta 5% de amina. Este polvo volante que contiene amina provoca enfermedades de la piel y tiene un efecto irritante sobre el sistema respiratorio. - - - - -

15. Es un objetivo de la presente invención proporcionar grageas de fertilizantes que contienen nitrato amónico que (1) presenten una tendencia muy reducida al apelmado, (2) presenten propiedades muy mejoradas cuando se almacenan en condiciones de granel en húmedo y (3) presenten una resistencia mucho mayor a la formación de polvo bajo condiciones

20. de fricción, por lo que el producto está completamente libre de polvo. - - - - -

25. Se ha hallado que este objetivo se logra si las grageas individuales de fertilizantes que contienen nitrato amónico se proveen, por toda su superficie, de un recubrimiento substancialmente cerrado de alquilamina(s) C₁₂-C₁₈ en

estado sólido y de una capa delgada de aceite mineral aplicada sobre dicho recubrimiento. - - - - -

- Según la presente invención, por ello, se provee a la preparación de grageas de fertilizantes que contienen nitrato amónico que tienen mejores propiedades durante el almacenaje y el transporte las cuales grageas individuales de fertilizantes se proveen por toda su superficie de un recubrimiento uniforme y substancialmente cerrado de alquilamina(s) $C_{12}-C_{18}$ en estado sólido y con una capa delgada de aceite mineral aplicada sobre dicho recubrimiento. - - - - -
- 5.
- 10.

- Más particularmente, la invención se refiere a un procedimiento para preparar las grageas de fertilizantes degoritas, el cual procedimiento se caracteriza porque grageas de fertilizantes que contienen nitrato amónico se recubren sucesivamente, en una primera etapa, con una capa uniforme y substancialmente cerrada de alquilamina(s) $C_{12}-C_{18}$ fundida(s), se refrigeran en una segunda etapa a una temperatura suficientemente baja para hacer solidificar totalmente dicho recubrimiento y se recubren, en una tercera etapa, con una delgada capa de aceite mineral. - - - - -
- 15.
- 20.

Preferentemente, en la primera etapa, la alquilamina fundida se rocía, en un tambor rotativo de recubrimiento, sobre las grageas de fertilizantes, cuya temperatura es superior al punto de fusión de la amina o de la mezcla de aminas.

En el procedimiento según la presente invención, el espolvoreado de las grageas con un polvo inorgánico fino, antes o después de ser recubiertas con amina y aceite, no sólo es totalmente superfluo sino que constituye incluso una desventaja. Se ha hallado que el efecto del procedimiento según la presente invención es en gran parte anulado por el polvo que se adhiere a las grageas debido al tratamiento de espolvoreado. - - - - -

Las grageas de fertilizantes a las que puede aplicarse el procedimiento según la presente invención pueden estar compuestas por nitrato amónico o sus mezclas con cargas, tales como piedra caliza o dolomita, por ejemplo granzas ("prills") y grageas ("pellets") de nitrato amónico al 28-35% N; granzas y grageas de nitrato cálcico amónico al 20,5-23% y 26% N; mezclas de nitrato amónico con las mismas cargas y con sulfato magnésico, por ejemplo magnesamon al 20,5% N; mezclas binarias de nitrato amónico y fosfatos amónico y cálcico, por ejemplo una mezcla de fosfato monoamónico y nitrato amónico (por ejemplo 20-20-0 y 23-23-0); y mezclas ternarias de nitrato amónico, fosfatos y sales potásicas, eventualmente suplementadas con cualquier otro nutriente de plantas. - - - - -

Las aminas adecuadas son alquilaminas primarias en las que el grupo amina es terminal y el grupo alquilo contiene 12-18 átomos de carbono, preferentemente en una cadena recta. Hablando de manera general, se utilizarán mezclas de

tales aminas. Se obtuvieron resultados excelentes utilizando la octadecilamina del llamado grado técnico, que es una mezcla de alquilaminas C_{10} - C_{20} no ramificadas que contiene aproximadamente 65% de alquilamina C_{18} , aproximadamente 30% de alquilamina C_{16} y porcentajes menores de alquilaminas C_{12} y C_{14} .

La amina o mezcla de aminas se rocía en el estado fundido sobre las grageas de fertilizantes a tratar, preferentemente en un tambor rotativo de recubrimiento diseñado de modo que las grageas se provean por toda su superficie de un recubrimiento uniforme y substancialmente cerrado durante su paso a través del tambor.

Preferentemente, el tambor utilizado para este fin es un tambor del género descrito en la solicitud de patente del mismo solicitante, titulada "Perfeccionamientos en los aparatos para recubrir grageas y similares", solicitada en igual fecha que la presente y que se cita aquí a título de referencia.

Para producir un recubrimiento substancialmente cerrado por toda la superficie de las grageas es en general suficiente rociar 0,02-0,05% y preferentemente 0,03-0,04% de alquilamina fundida, calculado sobre el peso de las grageas a recubrir.

Preferentemente la alquilamina fundida y las gra-

- geas a recubrir tienen una temperatura tal durante el proceso de rociado que el recubrimiento a formar sobre las grageas permanece líquido por todo el paso de las grageas a través del tambor de recubrimiento, de modo que cuando las grageas están rodando por el tambor esta capa pueda esparcirse sobre la superficie de las grageas de la forma más homogénea posible. Durante el tratamiento de rociado, la temperatura de la alquilamina fundida es preferentemente superior en 25-30°C al punto de fusión de la amina y las grageas a recubrir tienen preferentemente una temperatura de por lo menos 50°C superior al punto de fusión de la amina. La temperatura de las grageas no debe ser desde luego tan alta que pueda tener lugar oxidación. - - - - -
- 5.
- 10.

- En la segunda etapa, las grageas de fertilizantes recubiertas se refrigeran a una temperatura suficientemente baja para hacer solidificar todo el recubrimiento. Si se ha utilizado una sola amina para el recubrimiento, esto significa que las grageas se refrigeran a por debajo del punto de fusión de la amina. Si se ha utilizado una mezcla de aminas para el recubrimiento, es recomendable que las grageas sean refrigeradas por debajo del punto de fusión del componente de la mezcla de aminas que tenga el punto de fusión inferior, a fin de asegurarse de que el recubrimiento de las grageas solidifica totalmente. - - - - -
- 15.
- 20.

25. Para la refrigeración de las grageas puede utilizar

- se con ventaja una corriente de aire que tenga una temperatura adecuada y que tenga preferentemente un contenido de humedad tan bajo que las grageas no puedan absorber humedad. La refrigeración con aire puede efectuarse ventajosamente en un
5. refrigerador de lecho fluido o en un tambor rotativo, diseñados de modo que determinen un buen contacto entre la corriente de aire y las grageas. Los entendidos en la técnica conocen perfectamente aparatos adecuados que no necesitan, por lo tanto, ser descritos adicionalmente aquí. - - - - -
10. Después de la segunda etapa del procesado, las grageas de fertilizante están provistas de un recubrimiento sólido substancialmente cerrado que protege substancialmente a las grageas contra la penetración de la humedad. - - - - -
15. En la tercera etapa del procesado, las grageas refrigeradas se recubren con una capa de aceite mineral que, a temperatura ambiente, por ejemplo entre 15 y 30°C, puede rociarse hidráulicamente o con un rociador impulsado por aire. Son aceites muy adecuados los aceites lubricantes minerales claros, compuestos por mezclas de una proporción principal
20. de hidrocarburos parafínicos con proporciones menores de hidrocarburos aromáticos y/o nafténicos. Preferentemente se utiliza un aceite en el que es insoluble o sólo escasamente soluble, a una temperatura inferior a 30°C, la alquilamina utilizada en la primera etapa. - - - - -
25. El aceite se pulveriza sobre las grageas refrigeradas

das, procedentes de la segunda etapa del procesado, en un tambor rotativo de recubrimiento que es preferentemente del tipo descrito en la mencionada solicitud de patente titulada "Perfeccionamientos en los aparatos para recubrir grageas y similares". El aceite puede reciarse en una proporción de 0,03-0,15% y preferentemente de 0,05-0,10%, calculado sobre el peso de las grageas a recubrir. - - - - -

El resultado de la presencia de la capa de aceite sobre las grageas es que se reduce la fricción entre las grageas durante las manipulaciones en un grado tal que se forma un producto libre de polvo, al tiempo que además se reduce adicionalmente la tendencia al apelmazado. Desde luego, incluso después de muchas manipulaciones, el producto tratado según la presente invención mantiene sus propiedades favorables: absorción muy reducida de humedad, tendencia muy reducida al apelmazado y ninguna tendencia a la formación de polvo. - - - - -

La invención se ilustra en los siguientes ejemplos y por medio de los mismos. - - - - -

En los ensayos descritos en los ejemplos, las propiedades, durante el almacenado, de las grageas de fertilizantes que contienen nitrato amónico se valoran como sigue: - -

La tendencia al apelmazado se valora por almacenaje de las grageas en sacos de 50 kg en un espacio en el que

- la temperatura se mantiene a un valor constante de 27°C y bajo una presión de 0,35 kg/cm² (un bloque de hormigón de exactamente 1.000 kg cubría la cara plana de un saco de 50 kg). Después de cierto período de almacenaje se determinó la cantidad de grumos (producto apelmazado) de un saco, colocando cuidadosamente el saco en un tamiz de malla 1 cm, abriendo cuidadosamente el saco por cortado y sacando cuidadosamente el saco cortado. Cuando se levantó el tamiz las graneas que fluyen libremente pasaron a través del tamiz; los grumos retenidos sobre el tamiz se recogieron y se pesaron. El peso de los grumos se expresó como porcentaje de contenido del saco (50 kg). Luego se cortaron bloques de 7 x 7 x 5 cm de los grumos y se determinó el peso bajo el que se rompían los bloques, utilizando un dinamómetro. Este peso se denomina "dureza" en los ejemplos y se expresa por medio de los kg requeridos para romper el bloque. - - - - -
- 5.
- 10.
- 15.

Valoración:

Porcentaje de grumos

- 0% = fluencia libre
- < 15% = buena
- 15-30% = moderada
- > 30% = insuficiente
- 20.

Dureza de grumos

< 1 kg = prácticamente fluencia libre

- < 3 kg = buena
- 3-5 kg = moderada tendencia al apelmazado
- 5-10 kg = considerable tendencia al apelmazado
- > 10 kg = apelmazado duro

5. La absorción de humedad durante el almacenaje a granel en atmósfera húmeda se valoró utilizando el proceso de ensayo de la Tennessee Valley Authority's (en adelante TVA) Applied Research Branch - Special Report S 444 (septiembre 1970). Para este fin se almacenaron grageas de fertilizantes que contenían nitrato amónico en cantidades de aproximadamente 200 kg en depósitos TVA que se colocaron descubiertos en un hangar húmedo. Después de un período dado de almacenaje, se sacaron muestras del centro de estos depósitos, en las que se determinó el contenido de humedad a diferentes profundidades. Se observó también el aspecto exterior del producto almacenado. Es cierto que, teniendo en cuenta las variaciones de temperatura y humedad relativa del aire en el hangar, este ensayo no produce resultados definitivos, pero sigue siendo muy adecuado para establecer una comparación de productos diferentes expuestos simultáneamente a las mismas condiciones. - - - - -
- 10.
- 15.
- 20.

25. La resistencia a la formación de polvo en condiciones en que las grageas están en colisión entre sí y rozan las unas con las otras se valoró utilizando el proceso de ensayo de la Valley Authority's Applied Research Branch -

Special Report S 444 (Septiembre 1970). El principio de este método se basa en el molido con bolas de las grageas de fertilizantes en un tambor provisto de cierto número de tablas longitudinales y utilizando bolas de acero. - - - - -

5. Para el ensayo de grageas que contienen nitrato amónico las condiciones de ensayo se agravaron con respecto a los siguientes puntos: - - - - -

- período de molido con bolas : 30 minutos
- velocidad del tambor : 35 r.p.m.
- 10. - diámetro de las bolas : 8 mm
- número de bolas : 100
- fracción de grageas : 2,0-2,5 mm
- cantidad de grageas : 100 g

Después del ensayo, las grageas y el polvo formado se tamizaron para producir varias fracciones. - - - - -

A fin de obtener un criterio de la formación de polvo volante, se realizó un análisis fraccionado por tamis en la gama inferior a 0,5 mm. - - - - -

En todos los ejemplos la alquilamina utilizada era una octadecilamina de grado técnico disponible comercialmente que tenía las siguientes propiedades: - - - - -

	índice de neutralización	256-257
	punto de evaporización	> 170°C
	punto de fusión	43°C
	peso específico (50°C)	0,788
5.	viscosidad (70°C)	2,8 cP

Composición:

	cadena recta C ₁₀ -C ₁₂	1%
	C ₁₄	2-4%
	C ₁₆	30%
10.	C ₁₈	63-66%
	C ₂₀	1-3%
	índice amina (cm ³ ácido 0,1 N por g amina) 36,5-38,5%	

15. También en todos los ejemplos se utilizó un aceite sustancialmente alifático, disponible comercialmente, que tenía las siguientes propiedades: - - - - -

	peso específico 15/15°C	0,871
	viscosidad SUS 38°C	108
	SUS 99°C	39,7
20.	°E 20°C	7,2
	°E 50°C	2,25
	punto de anilina	91°C
	punto de vaporización, vaso abierto	188°C

	punto de solidificación	-12°c
	índice de refracción (20°c)	1,4819
	número de ácido, mg KOH/g	0,02
	tipo de carbonos:	
5.	átomos C aromáticos	9,5%
	átomos C nafténicos	23,0%
	átomos C parafínicos	67,5%
	índice de viscosidad	94

10. En los ejemplos "grasas de baja densidad" significa en las grasas producidas dando al producto fundido correspondiente la forma de grasas, con un contenido de humedad de 0,5-3%, seguido por secado a un contenido de humedad que es en su mayor parte inferior a 1%; y "grasas de alta densidad" significa grasas producidas dando al producto fundido correspondiente la forma de grasas, con un contenido de humedad de menos de 0,5%, preferentemente menos de 0,2%, sin secado subsiguiente. Las grasas de baja densidad tienen una porosidad más bien alta, mientras que las grasas de alta densidad presentan sólo poca porosidad. - - - - -

20. Ejemplo I

Se recubren grasas de nitrato amónico cálcico al 26% N₂ de baja densidad, que tienen un contenido de humedad de 0,03%, en un tambor rotativo de recubrimiento con 0,034% de octadecilamina fundida, calculado sobre el peso de las grasas, para formar un recubrimiento ininterrumpido por to-

da la superficie de las granzas. Durante el tratamiento de rociado las granzas tenían una temperatura de 60°C y la octa decilamina una temperatura de 90°C. El tiempo medio de permanencia de las granzas en el tambor de recubrimiento fue de 7 minutos. - - - - -

9.

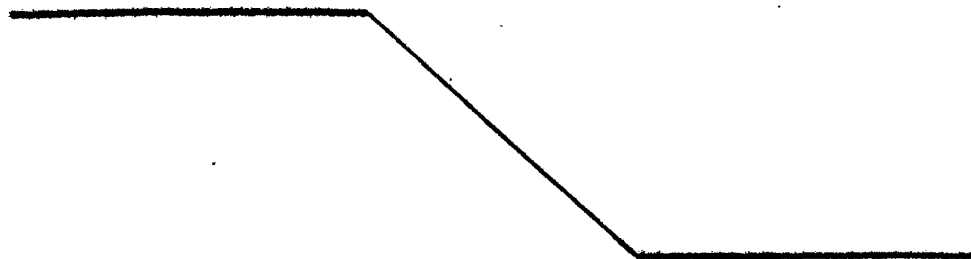
Las granzas así recubiertas se refrigeraron en un tambor rotativo de refrigeración utilizando una corriente de aire que tenía una temperatura de 19°C y una humedad relativa de 40%, a una temperatura de 27-28°C. - - - - -

10.

Las granzas refrigeradas se rociaron en un tambor rotativo de recubrimiento con cantidades diferentes de aceite mineral. La temperatura del aceite era de 25°C. - - - - -

15.

Las granzas así recubiertas se envasaron en sacos de polietileno de 50 kg que se almacenaron durante 2 semanas bajo una presión de 0,35 kg/cm² en un espacio en el que se mantuvo una temperatura constante de 27°C. Luego se determinaron las propiedades de apelmazado de las granzas de la manera descrita anteriormente. Los resultados se indican en la siguiente tabla. - - - - -



Ensayo nº	Amina %	Aceite %	Grumos %	Dureza grumos, kg
1	0,034	-	18	6
2	0,034	0,01	13	3,2
3	0,034	0,05	5	1
4	0,034	0,10	3	1

Estos resultados demuestran que la tendencia al apelmazado de las granzas, recubiertas primero con amina y subsiguientemente con aceite, es mucho menor que la de las granzas recubiertas sólo con amina. - - - - -

5. Ejemplo II

En los ensayos 5 y 6, se recubrieron granzas de ni-
trato cálcico amónico al 26% N, de alta densidad rociando
primero las granzas con 0,035% de octadecilamina fundida,
que tenía una temperatura de 90°C, en un tambor rotativo de re-
cubrimiento y rociando subsiguientemente las granzas recu-
biertas con 0,055% de aceite mineral que tenía una temperatu-
ra de 25°C, también en un tambor rotativo de recubrimiento.
Los porcentajes mencionados se han calculado sobre el peso
de las granzas. - - - - -

15. En el ensayo 5, las granzas tenían una temperatura
de 50°C cuando se rociaron con la amina y las granzas recu-
biertas de amina se refrigeraron a 27-28°C, de la manera des-
crita en el Ejemplo I, antes de ser recubiertas con aceite.

En el ensayo 6, las granzas tenían una temperatura de 27°C durante el tratamiento de rociado con la amina y las granzas recubiertas con amina se recubrieron con aceite sin refrigeración también a 27°C. - - - - -

5. Los productos de los ensayos 5 y 6 se envasaron en sacos de polietileno de 50 kg que se almacenaron durante 2 meses bajo una presión de 0,35 kg/cm² en un espacio en el que se mantenía una temperatura constante de 27°C. Luego se determinaron las propiedades de apelmazado de las granzas de la manera descrita anteriormente. Los resultados se indican en la siguiente tabla. - - - - -

Ensayo n°	Grumos	Dureza de los grumos, kg
5	9	< 1
6	35	5,7

15. Las propiedades de apelmazado de las granzas tratadas según la presente invención y producidas en el ensayo 5, en que las granzas tenían una temperatura superior al punto de fusión de la octadecilamina cuando se rociaron con octadecilamina fundida, fueron considerablemente mejores que las del producto producido en el ensayo 6, en que las granzas se pulverizaron a 27°C, es decir por debajo del punto de fusión de la octadecilamina. Además, la distribución de la octadecilamina sobre la superficie de las granzas era mucho más homogénea en el producto del ensayo 5 que en el producto del

20.

ensayo 6, como se demostró añadiendo 1% de aceite aromático a la octadecilamina y observando la fluorescencia bajo una luz de UV. - - - - -

Ejemplo III

5. En este ejemplo se compara el efecto del recubrimiento separado de grasas de nitrato cálcico amónico con octadecilamina y aceite y del proceso anterior de recubrir las grasas con una mezcla de octadecilamina y aceite. - - - - -

10. En el ensayo 7, se rociaron grasas de nitrato cálcico amónico al 26% N, de baja densidad, que tenían una temperatura de 65°C, en un tambor rotativo de recubrimiento, con 0,035% en peso de octadecilamina fundida que tenía una temperatura de 90°C, después de lo cual las grasas así recubiertas se refrigeraron a 27-28°C de la manera descrita en el Ejemplo I y luego se rociaron con 0,065% en peso de aceite mineral a dicha temperatura, en un tambor rotativo de recubrimiento. - - - - -

20. En el ensayo 8, se rociaron grasas del mismo tipo y que tenían una temperatura de 27°C, en un tambor rotativo de recubrimiento, con una mezcla de octadecilamina y aceite mineral que tenía una temperatura de 90°C, con lo cual los gránulos se recubrieron con 0,03% en peso de amina y 0,15% en peso de aceite. - - - - -

Se envasaron muestras de los productos obtenidos en los ensayos 7 y 8 en sacos de polietileno de 50 kg, que se almacenaron durante un mes bajo presión de 0,35 kg/cm² en un espacio en el que se mantenía una temperatura constante de 27°C. Luego se determinaron de la manera descrita anteriormente las propiedades de apelmado de las granzas. Los resultados se indican en la siguiente tabla. - - - - -

Ensayo nº	Grumos	Dureza de grumos, kg
7	10	1,0
8	42	2,2

El resto de los productos producidos en los ensayos 7 y 8 se vertieron en pilas a granel de 3.000 toneladas en un hangar. Después de 14 días, el producto del ensayo 7 fluía aún prácticamente de forma libre pero el producto del ensayo 8 estaba compuesto por una masa coherente que era difícil de manipular. Durante la transferencia del producto del ensayo 8 se formó una fina nube de polvo ambiental. Los análisis demostraron que el polvo contenía 3-5% de amina. Durante la transferencia del producto del ensayo 7, el hangar permaneció libre de polvo. - - - - -

Ejemplo IV

Este ejemplo demuestra el efecto de la manera de realizar el recubrimiento sobre las propiedades de almacena-

je de las granzas de nitrato cálcico amónico de alta densidad, cuando se almacenan a granel y expuestas a condiciones climatológicas húmedas. - - - - -

5. En el ensayo 9, se rociaron granzas, con un contenido de humedad de 0,08%, en un tambor rotativo de recubrimiento, a 50°C, con una mezcla de octadecilamina y aceite mineral para recubrir las granzas con 0,03% en peso de amina y 0,06% en peso de aceite. Luego las granzas se enfriaron a 27-28°C. - - - - -

10. El ensayo 10 difiere sólo del ensayo 9 en que las granzas tenían una temperatura de 27-28°C durante el tratamiento de rociado, - - - - -

15. En el ensayo 11, se rociaron primero granzas del mismo tipo en un tambor rotativo de recubrimiento a 50°C con 0,03% en peso de octadecilamina fundida que tenía una temperatura de 90°C y luego se refrigeraron, de la manera descrita en el Ejemplo I, a 27-28°C y entonces se rociaron a esta temperatura en un tambor rotativo de recubrimiento con 0,06% en peso de aceite mineral. - - - - -

20. Los productos de los ensayos 9, 10 y 11 se almacenaron en depósitos TVA que se colocaron en un hangar húmedo.

Después de un período de almacenaje de 5 semanas, se observó el aspecto de los productos y se determinó, a di-

ferentes profundidades, el contenido de humedad. También se determinó el estado de los productos. Los resultados se indican en la siguiente tabla. - - - - -

	Ensayo 9	Ensayo 10	Ensayo 11
Aspecto	capa superior de un grueso de 0,5 cm de granzas disueltas		
Contenido de humedad, % en peso			
a 2 cm por debajo de la capa superior	0,81	1,07	0,54
a una profundidad de 5 cm	1,12	0,77	0,47
a una profundidad de 10 cm	0,95	0,51	0,22
a una profundidad de 15 cm	0,44	0,41	0,20
Estado	difícil de manipular muy coherente	"bloque" duro y húmedo	bajo una costra de 2 cm el producto fluye libremente

Estos resultados demuestran que el procedimiento según la presente invención (ensayo 11) impide mejor la penetración de la humedad que los procesos anteriores en que las graseas de fertilizantes que contienen nitrato amónico se recubren con una mezcla de alquilamina y aceite. - - -

Ejemplo V

10. En los ensayos 12-16, se recubrieron de diferentes

formas granzas de nitrato amónico al 33,5% N, de alta densidad, y se determinó la tendencia a la formación de polvo en condiciones de fricción mutua de las granzas según el método de ensayo TVA descrito anteriormente. - - - - -

5. En el ensayo 12, las granzas no se recubrieron (control). - - - - -

10. En el ensayo 13, las granzas, con una temperatura de 27-28°C, se rociaron en un tambor rotativo de recubrimiento con 0,06% de aceite mineral que tenía una temperatura de 25°C. El tiempo de permanencia en el tambor fue de 7 minutos. Se aplicó este tiempo de permanencia en todos los ensayos 12-16. - - - - -

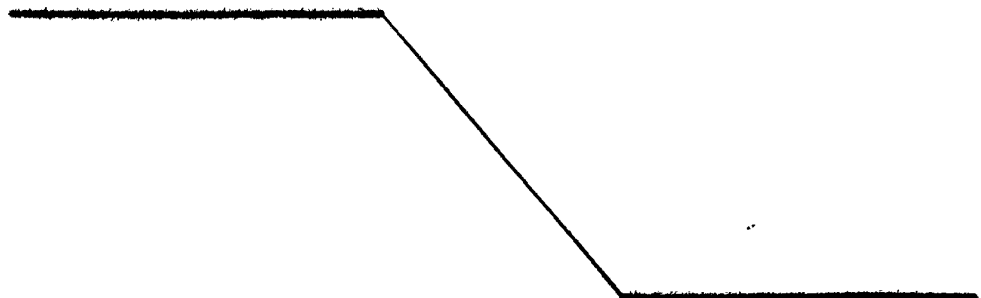
15. En el ensayo 14, se rociaron con granzas que tenían una temperatura de 70°C en un tambor rotativo de recubrimiento con 0,03% de octadecilamina que tenía una temperatura de 90°C. Las granzas así recubiertas se refrigeraron a 27-28°C en un refrigerador de lecho fluido, utilizando una corriente de aire que tenía una temperatura de 20°C y una humedad relativa de aproximadamente 40%. - - - - -

20. En el ensayo 15, se rociaron granzas que tenían una temperatura de 70°C en un tambor rotativo de recubrimiento con una mezcla de 0,03% de octadecilamina y 0,06% de aceite mineral, que tenía una temperatura de 90°C. Las granzas así recubiertas se refrigeraron a 27-28°C en un refrigerador

de lecho fluido, utilizando una corriente de aire a 20°C y que tenía una humedad relativa de aproximadamente 40%. - - -

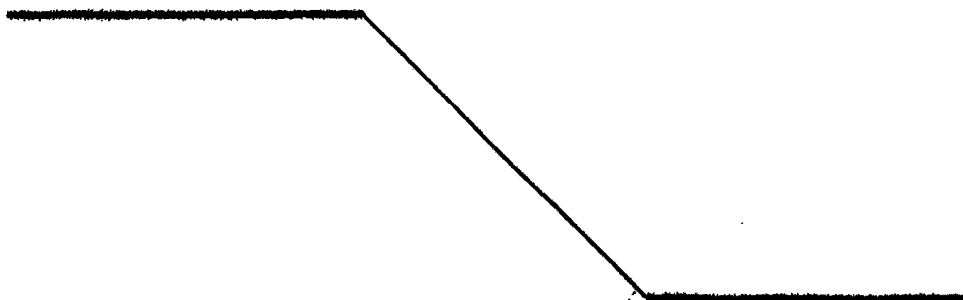
5. En el ensayo 16, se rociaron granzas que tenían una temperatura de 70°C en un tambor de recubrimiento rotativo con 0,03% de octadecilamina que tenía una temperatura de 90°C. Las granzas así recubiertas se refrigeraron a 27-28°C en un refrigerador de lecho fluido, utilizando una corriente de aire a 20°C y que tenía una humedad relativa de aproximadamente 40%. Las granzas refrigeradas se rociaron en un tambor rotativo de recubrimiento con 0,06% de aceite mineral que tenía una temperatura de 25°C. - - - - -
- 10.

15. Los productos de los ensayos 12-16 se sometieron al proceso de ensayo "Abrasion and shatter resistance" de la TVA. Los resultados se indican en la siguiente tabla. Estos resultados demuestran claramente la gran reducción de tendencia del producto del ensayo 16 a la formación de polvo y, en particular, de polvo fino que tiene un tamaño de partícula inferior a 0,02 mm, habiéndose tratado dicho producto según la presente invención. - - - - -



Ensayo nº	Naturaleza del recubrimiento	0,2 mm %	0,2 - 0,5 mm %	0,5 - 2,0 mm %	< 2 mm %	> 2 mm %
12	ninguno	0,57	0,42	26,2	27,2	72,8
		0,51	0,60	23,3	24,6	75,4
13	0,06% aceite	0,49	1,09	26,1	27,7	72,3
		0,49	1,01	25,9	27,4	72,6
14	0,03% amina sobre grasas a 70°C	0,20	0,49	13,8	14,5	85,5
		0,21	0,38	12,1	12,7	87,3
15	una mezcla de 0,03% amina + 0,06% aceite sobre grasas a 70°C	0,37	0,52	19,5	20,5	79,5
		0,41	0,57	18,3	19,4	80,6
16	0,03% amina sobre grasas a 70°C -refrigeración- 0,06% aceite sobre grasas a 28°C	0,02	0,26	8,0	8,3	91,7
		0,05	0,32	9,6	10,0	90,0
		0,06	0,29	10,0	10,3	89,7
		0,10	0,29	8,6	9,0	91,0

A los efectos consiguientes se declaran de novedad y propiedad para España, sus territorios y plazas de soberanía, las reivindicaciones que siguen. - - - - -



REIVINDICACIONES

1.- Procedimiento para la preparación de grageas de fertilizantes que contienen nitrato amónico, que tienen mejores propiedades durante el almacenaje y el transporte, teniendo cada una de las grageas de fertilizantes un recubrimiento uniforme y substancialmente cerrado de alquilamina(s) $C_{12}-C_{18}$ en estado sólido por toda su superficie y una delgada capa de aceite mineral sobre dicho recubrimiento, caracterizado porque comprende, en sucesión: - - - - -

10. 1. una primera etapa en la que se recubren grageas de fertilizantes que contienen nitrato amónico con una capa uniforme y substancialmente cerrada de alquilamina(s) $C_{12}-C_{18}$ fundida(s); - - - - -

15. 2. una segunda etapa en que las grageas se refrigeran a una temperatura suficientemente baja para hacer solidificar totalmente el recubrimiento; y - - - - -

3. una tercera etapa, en que las grageas se recubren con una delgada capa de aceite mineral. - - - - -

20. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque, en la primera etapa, la alquilamina fundida se rocía sobre las grageas de fertilizantes, cuya temperatura es superior al punto de fusión de la amina o de la mezcla de aminas. - - - - -

3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1-2, caracterizado porque la alquilamina utilizada es octadecilamina de grado técnico. - - - - -

5. 4.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1-3, caracterizado porque las grageas de fertilizantes se rocían con 0,02-0,05% de alquilamina, calculado sobre el peso de las grageas a recubrir. - - - - -

10. 5.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1-4, caracterizado porque, en la primera etapa, la temperatura de la alquilamina fundida es de 25-30°C por encima del punto de fusión de la amina o mezcla de aminas durante el tratamiento de rociado. - - - - -

15. 6.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 2-5, caracterizado porque, en la primera etapa, la temperatura de las grageas de fertilizante es por lo menos 5°C superior al punto de fusión de la amina o mezcla de aminas. - - - - -

20. 7.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1-6, caracterizado porque las grageas de fertilizante se refrigeran en la segunda etapa por medio de una corriente de aire que tiene un contenido de humedad tan bajo que impide la absorción de humedad por parte de las grageas.

8.- Procedimiento según cualquiera de las reivindi

caciones 1-7, caracterizado porque el aceite mineral utilizado en la tercera etapa es capaz de ser rociado hidráulicamente o por medio de un rociado impulsado por aire, a temperatura ambiente. - - - - -

5.

9.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1-8, caracterizado porque las graseas de fertilizante se rocían en la tercera etapa con 0,03-0,15% de aceite mineral, calculado sobre el peso de las graseas a recubrir. -

10.

10.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1-9, caracterizado porque comprende utilizar un aceite mineral que, a temperaturas inferiores a 30°C, no disuelve la alquilemina utilizada en la primera etapa, o sólo la disuelve en pequeña cantidad. - - - - -

15.

11.- "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE GRASEAS DE FERTILIZANTES QUE CONTIENEN NITRATO AMONICO", - - - - -

Todo ello conforme se describe y reivindica en la presente memoria que consta de veintisiete hojas, foliadas y mecanografiadas por una sola de sus caras.

MADRID 26 ABR. 1978

P. A. M. CURELL SUÑOL

mañ.