



ESPAÑA

19 ES	11 21	48 1054	10 A1
22 FECHA DE PRESENTACION			
30-5-79			

PATENTE DE INVENCION

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

30 PRIORIDADES:	32 FECHA	33 PAIS
31 NUMERO		
78-05957	1-6-78	Holanda

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C05B 7/00	

54 TITULO DE LA INVENCION

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UN PRODUCTO QUE CONTIENE ORTOFOSFATO DE AMONIO"

71 SOLICITANTE (ES)

UNIE VAN KUNSTMESTFABRIEKEN B.V. 2997 ES

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

P.O. Box 45, 3500 AA Utrecht, Holanda

72 INVENTOR (ES)

Petrus Franciscus Alphonsus Maria Hendriks, Arie Jansen, Willem Bonno van den Berg y Cornelis Hoek

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE

D. FERNANDO DE ELZABURU MARQUEZ (P.- 72.084)

MCG.

P72084
2997

La invención se refiere a un procedimiento para la preparación de un producto que contiene ortofosfato de amonio y que está sustancialmente exento de polifosfato de amonio a partir de amoníaco y ácido fosfórico, en el que ácido fosfórico y amoníaco gaseoso se ponen en contacto por medio de un dispositivo de pulverización en dos fases provisto de dos conductos coaxiales a través del conducto exterior de los cuales se hace pasar el amoníaco y a través del conducto interior de los cuales se hace pasar el ácido fosfórico.

5

10

Un procedimiento de este tipo se conoce por la Memoria Descriptiva de la Patente Británica 1.252.651. En el procedimiento descrito en dicha memoria descriptiva, el amoníaco y el ácido fosfórico se hacen pasar a través de una boquilla de descarga conjunta de un mecanismo de pulverización y se pulverizan sobre un lecho de gránulos de sal de amonio que se mantienen en movimiento en un tambor rotativo. Dentro del mecanismo de pulverización, las sustancias reaccionantes se ponen en contacto muy imperfecto sólo mientras las mismas fluyen a través de la boquilla. En consecuencia, el mezclado es muy incompleto y, como resultado, la reacción se efectúa sustancialmente en el lecho de partículas sólidas del tambor. En este procedimiento, no se obtiene ningún producto homogéneo en el dispositivo de pulverización. Para obtener un producto homogéneo, es necesaria la pulverización sobre el lecho de gránulos en movimiento, de tal modo que la homogenización puede efectuarse en este lecho. Otro inconveniente de este procedimiento es que parte del amoníaco que sale del mecanismo de pulverización como un gas no alcanza el lecho de partículas sólidas y queda retenido en el aire sobre el lecho del tambor. Este amoníaco es retirado del tambor junto con el aire y se recupera en un dispositivo de lavado por lavado con un ácido. Está claro que la capacidad requerida del dis

positivo de lavado tiene que ser mayor a medida que la cantidad de amoníaco que no reacciona con el ácido fosfórico en el tambor se hace mayor. Además, cuando la cantidad de amoníaco a lavar aumenta, existe una mayor probabilidad de que se alcance una relación $\text{NH}_3/\text{H}_3\text{PO}_4$ en el ácido de lavado para la cual cristaliza el dihidro genofosfato de monoamonio y se forman depósitos indeseables.

La invención tiene por objeto proporcionar un procedimiento en el que los inconvenientes del procedimiento conocido no se presentan o sólo lo hacen en una extensión considerablemente menor. De acuerdo con la invención, esto se consigue por el hecho de que la velocidad de salida axial del ácido fosfórico del dispositivo de pulverización en dos fases es 1-10 m/seg y la velocidad de salida axial del amoníaco es 200-1000 m/seg (T.P.N.), y las dos corrientes se ponen en contacto entre sí y se mezclan completamente en una zona de reacción cilíndrica que forma una prolongación del dispositivo de pulverización en dos fases y que tiene un diámetro de 2-4 veces el diámetro exterior de la corriente de amoníaco que sale del dispositivo de pulverización en dos fases y una longitud de 10-25 veces dicho diámetro.

La unidad m/seg (T.P.N.) utilizada para la velocidad de salida del amoníaco indica que la velocidad

real se ha recalculado para determinar la velocidad que tendría el amoníaco a temperatura y presión normales.

5 El uso de velocidades altas dentro de los límites especificados para las dos sustancias reaccionan
tes en una zona de reacción confinada en la que la dis-
persión lateral de las corrientes procedentes del dispo-
sitivo de pulverización en dos fases está restringida
hace que las sustancias reaccionantes se mezclen comple-
tamente de tal modo que se alcanza un alto grado de con-
10 versión y se obtiene un producto virtualmente homogéneo
constituido sustancialmente por ortofosfatos de amonio
sin necesidad de ulterior homogenización, p.ej. en un le-
cho móvil de gránulos que se hayan formado ya. Gracias a
las altas velocidades y al consiguiente tiempo de perma-
15 nencia muy corto en la zona de reacción, apenas se forma
cantidad alguna, o no se forma nada en absoluto, de poli-
fosfatos de amonio incluso a temperaturas más altas. Si
el material de partida es ácido fosfórico preparado por la
denominada vía húmeda, estarán presentes los fosfatos de
20 hierro y aluminio que son inevitables en este tipo de pro-
ducto, entre otros, en adición a los ortofosfatos de amo-
nio.

25 Se hace uso preferiblemente de un disposi-
tivo de pulverización en dos fases en el que el diámetro
medio y, si se desea, el área de la sección transversal

del conducto anular de amoníaco disminuyen gradualmente hacia el final, según se mira en la dirección del flujo, de tal modo que la corriente de amoníaco de salida choca con la corriente central de ácido fosfórico por todos los lados y a gran velocidad. Puede conseguirse una mejora adicional del contacto entre las dos sustancias reaccionantes de acuerdo con la invención en el sentido de que la mezcla que fluye a través de la zona de reacción se hace pasar a la abertura de salida por la vía de al menos dos placas de desviación retorcidas en direcciones opuestas, dispuestas una tras otra según se mira en la dirección de flujo y que tienen una dimensión normal a la dirección de flujo que es igual al diámetro de la zona de reacción. En este caso, la longitud de la zona de reacción se toma como la distancia entre las aberturas de salida del dispositivo de pulverización en dos fases y la primera placa de desviación.

El uso de dichas placas de desviación es particularmente importante si han de prepararse productos con una relación molar $\text{NH}_3/\text{H}_3\text{PO}_4$ mayor que 1,2:1, pero es también favorable, por supuesto, en la preparación de productos en los que esta relación es más baja. La relación molar $\text{NH}_3/\text{H}_3\text{PO}_4$ denota en este caso la relación entre el número de moles de NH_3 unidos al H_3PO_4 soluble en agua y el número de moles de este H_3PO_4 soluble

en agua.

En la preparación de productos con una relación molar $\text{NH}_3/\text{H}_3\text{PO}_4$ de hasta 1,5:1, el procedimiento de acuerdo con la invención permite alcanzar una eficiencia en NH_3 mayor que 90%, lo que significa que menos del 10% del amoníaco de alimentación sale de la zona de reacción como tal. Cuando se recupera este amoníaco por lavado con ácido fosfórico, esto conduce a una relación molar $\text{NH}_3/\text{H}_3\text{PO}_4$ de 0,15:1 como máximo, que no es objecionable. Se ha encontrado que a medida que el contenido de P_2O_5 del ácido fosfórico utilizado es menor, se obtienen una relación molar $\text{NH}_3/\text{H}_3\text{PO}_4$ mayor y una eficiencia más alta en NH_3 . En este caso, el contenido de humedad del producto aumenta naturalmente al mismo tiempo. En el procedimiento de acuerdo con la invención, la cantidad de amoníaco que no reaccionará con el ácido fosfórico se puede determinar previamente de manera exacta por control de la concentración del ácido fosfórico y selección de la relación molar $\text{NH}_3/\text{H}_3\text{PO}_4$.

La selección apropiada del contenido de P_2O_5 del ácido fosfórico dentro del intervalo inferior al 45% permite alcanzar casi la conversión completa del amoníaco alimentado, mientras que se forma un producto que contiene hasta 50% en moles de monohidrogenofosfato de diamonio y la cantidad de agua deseada además de dihidrogenofosfato

de monoamonio.

Esto es particularmente adecuado si el producto ha de granularse, lo cual puede efectuarse, por ejemplo, distribuyéndolo de un modo conocido sobre o en el interior de un lecho móvil de gránulos que se han formado ya, tal como un lecho de gránulos formados en un tambor de granulación, dado que es precisa la evaporación de una cantidad menor de agua. Con dependencia de la relación de recirculación (es decir, la relación de la cantidad de producto recirculado a la cantidad de producto a granular), el contenido de humedad del producto suministrado desde la zona de reacción al lecho granular puede seleccionarse de tal modo que se hace innecesario el secado posterior del producto granulado. Si la producción va seguida inmediatamente por granulación, se hará uso generalmente de ácido fosfórico con un contenido de P_2O_5 mayor que 40%, dado que, a concentraciones inferiores, se requieren relaciones de recirculación comparativamente altas para evitar la sobre-granulación que acompaña al contenido de humedad elevado.

El producto formado en la zona de reacción puede tratarse como tal sin alterar la composición.

El procedimiento de acuerdo con la invención hace que sea posible preparar directamente un producto que está constituido sustancialmente por dihidroge-

nofosfato de monoamonio y tiene una relación molar $\text{NH}_3/\text{H}_3\text{PO}_4$ de, p.ej., 1,1:1. Pueden prepararse también en una sola etapa mezclas de dihidrogenofosfato de monoamonio y monohidrogenofosfato de diamonio con una relación molar $\text{NH}_3/\text{H}_3\text{PO}_4$ de hasta aproximadamente 1,5:1. Pero el uso del procedimiento de acuerdo con la invención hace que sea posible además preparar productos con un alto contenido de monohidrogenofosfato de diamonio, tales como productos con una relación molar $\text{NH}_3/\text{H}_3\text{PO}_4$ de 1,6-1,8.

5

10 A este fin, se puede preparar en la zona de reacción un producto con una relación molar $\text{NH}_3/\text{H}_3\text{PO}_4$ de 1,25:1,40, y se puede granular luego en un lecho móvil de gránulos formados con anterioridad, como se describe arriba, mientras que se alimenta amoníaco al lecho granular para convertir adicionalmente el ácido fosfórico. La primera parte del tratamiento con amoníaco del ácido fosfórico transcurre entonces con una alta eficiencia en NH_3 que se aproxima al 100%. Adicionalmente, cuando se hace uso de ácido fósforico con un contenido de P_2O_5 de 45-46%, el producto resultante en la zona de reacción tiene un contenido de humedad tal que es suficiente una relación de recirculación baja. Esta relación puede variar entre 1,5:1 y 6:1. Cuando se enfría el producto a recircular, y, por consiguiente, se elimina así una parte del calor de reacción, se puede utilizar por supuesto una relación

15

20

25

de recirculación más baja. En tal caso puede incluso ser totalmente superfluo un tratamiento de secado separado. Si se alimentan al lecho todavía otras sustancias sólidas, p.ej. sales de potasio, dicha relación depende también de la cantidad de tales adiciones.

La invención se refiere adicionalmente a un aparato para la realización del procedimiento descrito arriba. Este aparato está provisto de un dispositivo de pulverización en dos fases que comprende dos conductos coaxiales que son más estrechos en los extremos de salida y desembocan en un espacio común, y se caracteriza por el hecho de que el dispositivo de pulverización en dos fases desemboca en un extremo de un espacio cilíndrico coaxial que está provisto de al menos una abertura de descarga en el otro extremo, tiene un diámetro de 2-4 veces el diámetro exterior de la abertura de salida anular del conducto exterior, y tiene una longitud de 10-25 veces el diámetro mencionado en primer lugar.

En una realización especial de este aparato, que es adecuada para la preparación de productos que contienen cantidades considerables de monohidrógeno-ortofosfato de diamonio en adición a dihidrógeno-ortofosfato de monoamonio, el espacio cilíndrico acomoda al menos dos placas de desviación retorcidas en direcciones opuestas dispuestas una tras otra y que tienen una dimensión nor-

mal al eje central del espacio cilíndrico que es igual al diámetro de este espacio.

La invención se ilustrará con referencia al dibujo adjunto.

5 La Fig. 1 muestra una sección longitudinal de un aparato que puede utilizarse para efectuar el procedimiento de acuerdo con la invención;

la Fig. 2 es un diagrama de un aparato de acuerdo con la Fig. 1 dispuesto en un tambor de granulación;
10

la Fig. 3 muestra una sección a través del dispositivo de la Fig. 2 a lo largo de A-A.

En la Fig. 1 el dispositivo de pulverización en dos fases se representa generalmente por A y la zona de reacción por B. El dispositivo de pulverización en dos fases A está constituido por una parte cilíndrica 1 con un tubo central 2 mantenido en su lugar por el borde de centrado 3 de la brida 4 y uno o más anillos de difusión 5, los cuales pueden ser dos o más placas perforadas anulares que están dispuestas de tal modo que las aberturas en los anillos consecutivos están alternadas. La parte cilíndrica 1 está provista de un tubo de alimentación 6 fijado tangencialmente y, cerca del extremo de salida, se convierte en una parte que se estrecha cónicamente 7.
15
20
25 El extremo de salida del tubo 2, que se encuentra en el

extremo de salida de la parte cilíndrica 1, se convierte internamente en una parte cilíndrica más estrecha 10 por medio de una parte cónica 9. Externamente, el extremo de salida del tubo 2 es totalmente cónico, con un ángulo en el vértice que es menor que el ángulo en el vértice de la parte cónica 7 de la parte cilíndrica 1. El ángulo cónico medio de la parte estrechada del conducto de amoniaco anular está comprendido entre 30 y 35°.

El dispositivo de pulverización en dos fases A está fijado de tal modo a la parte cilíndrica 14 que acomoda la zona de reacción B por medio de las bridas 11 y 12 y el borde de centrado 13 que las líneas de centros del dispositivo de pulverización en dos fases A y la parte cilíndrica 14 coinciden. El diámetro interior de la última parte es 2-4, p.ej. 3 veces el diámetro exterior de la abertura de salida anular de la parte cilíndrica 1. La longitud de la parte cilíndrica 14, que no se muestra totalmente en el dibujo, asciende a 10-25, p.ej. 18 veces el diámetro. La parte cilíndrica no precisa ser recta. Por ejemplo, con vistas a la disposición del dispositivo en o cerca de un dispositivo de granulación, puede ser deseable dotar a dicha parte de uno o más codos, p.ej. un codo de 90°, a fin de que el dispositivo de pulverización en dos fases A y la parte del reactor B puedan disponerse de modo aproximadamente horizontal y la descarga pueda ser

todavía directa hacia abajo. La parte cilíndrica 14 puede acomodar dos o más paletas 15 y 16 con una forma especial. Estas paletas están conformadas a partir de sección de plancha plana rectangular con una longitud de al menos 5 1,5 veces la anchura, lo que corresponde al diámetro de la parte cilíndrica 14. Las secciones de las planchas se han retorcido de tal manera alrededor de sus ejes longitudinales que los extremos están retorcidos aproximadamente 180° uno con respecto a otro. La torsión de paletas consecutivas es alternativamente en el sentido de las agujas del reloj y en sentido contrario al de las agujas del reloj. La distancia entre el extremo de salida del dispositivo de pulverización en dos fases y la primera paleta es, por ejemplo, 10 veces el diámetro de la parte cilíndrica 14, pero al menos 8 veces este diámetro. El extremo de la parte cilíndrica 14 está provisto de una abertura de descarga 17. Esta abertura tiene una sección transversal que es igual a la sección transversal de la parte cilíndrica 14, pero puede ser menor, si se desea. Si el producto de reacción que se descarga de la zona de reacción tiene que distribuirse, p.ej. o sobre un lecho de granulación, puede adaptarse una parte de descarga ramificada. El área superficial total de las aberturas de salida de las ramificaciones debería corresponder entonces al 20 área de la sección transversal de la parte cilíndrica 25

antes de la parte ramificada.

Uno o más de los aparatos que se muestran en la Fig. 1 pueden disponerse en o sobre un dispositivo de granulación. Este puede ser, por ejemplo, un tambor de granulación, como se muestra en las Figs. 2 y 3. Con vistas al espacio disponible y a los medios de soporte necesarios, el dispositivo de pulverización en dos fases A con la parte del reactor B está dispuesto de tal modo que su eje central es aproximadamente paralelo al eje cen-
tral del tambor 18 y el extremo de descarga de la parte del reactor está doblado hacia abajo en un ángulo de aproximadamente 90°, como se ha indicado arriba. Desemboca en el tambor a una altura tal que, durante la operación, las aberturas de descarga están a cierta distancia sobre el lecho 20 de los gránulos que se han formado.

El tambor 18 está dispuesto con una ligera inclinación y, si es necesario, contiene un conducto 21 para el suministro de amoníaco líquido al lecho granular. El extremo más alto del tambor está provisto de una abertura central 23 a través de la cual se hace pasar el producto de recirculación al tambor y a través de la cual entran también en el tambor el medio de soporte 19 y el conducto de amoníaco 21. El medio de soporte puede soportar no sólo el dispositivo de pulverización en dos fases con las partes del reactor, sino también un conducto 24

con miembros de pulverización 25 para fase líquida. El extremo inferior del tambor tiene una abertura central 26 a través de la cual se descarga el producto granulado.

5 El procedimiento de acuerdo con la invención se lleva a cabo por medio del aparato arriba indicado como sigue.

Se alimenta amoníaco gaseoso a la parte cilíndrica 1 del dispositivo de pulverización en dos fases A a través de la tubería 6. Este conducto desemboca tangencialmente en la parte cilíndrica 1, pero podría conectarse también radialmente. En dicho caso, sin embargo, puede producirse un desgaste grave del tubo 2 en el lugar de la entrada del flujo y el lugar diametralmente opuesto. Una alimentación tangencial proporciona, además, una mejor distribución del amoníaco sobre la sección transversal anular del espacio comprendido entre la parte cilíndrica 1 y el tubo 2. Se produce una velocidad de flujo uniforme a lo largo de la circunferencia de la abertura de salida anular, con una ligera caída de presión, por los anillos difusores 5, de tal modo que el amoníaco fluye uniformemente hacia la abertura de salida y deja esta abertura mientras que se dirige exactamente hacia el centro de la zona de reacción. Se añade continuamente una pequeña cantidad de vapor de agua del orden de 0,5-3% en peso al amoníaco con objeto de prevenir la formación y deposición

10
15
20
25

de fosfatos de hierro y aluminio. Usualmente es suficiente una cantidad no mayor de 1-2% en peso. Tales pequeñas cantidades de vapor de agua no influyen en absoluto sobre la composición del producto. Por la tubería central 2 se introduce ácido fosfórico con una concentración de P_2O_5 de 30-54%. Este puede ser ácido de nuevo aporte, pero el mismo puede suministrarse también desde un dispositivo en el que se separan NH_3 y polvo por medio de ácido fosfórico nuevo del aire descargado desde un dispositivo de granulación. Las dimensiones de la abertura de salida anular a través de la cual fluye el amoníaco procedente de la parte cilíndrica 1 a la parte cilíndrica 14 de la zona de reacción B se han seleccionado de tal modo que la velocidad axial de la corriente de amoníaco está comprendida entre 200 y 1000 m/seg (T.P.N.), p.ej. 700 m/seg (T.P.N.). Esta velocidad corresponde aproximadamente a la velocidad del sonido. La abertura de salida del tubo 2 tiene un diámetro tal que el ácido fosfórico fluye al interior de la zona de reacción B con una velocidad axial de 1-10 m/seg, p.ej. 7 m/seg. La diferencia de presión total a través de las dos zonas de reacción A y B es, por ejemplo, 200-400 kPa. Gracias a las velocidades utilizadas, el amoníaco y el ácido fosfórico se mezclan muy pronto a fondo, de tal modo que el amoníaco se combina con el ácido fosfórico en un tiempo muy corto para formar dihidro-

genofosfato de monoamonio y, si la relación entre las cantidades de amoníaco y el P_2O_5 alimentado en forma de ácido fosfórico es suficiente, para formar monohidrogenofosfato de diamonio. Esta cantidad de P_2O_5 depende naturalmente de la cantidad de ácido fosfórico y su concentración. Si el ácido fosfórico tiene una concentración de P_2O_5 comparativamente baja, p.ej. menor que 40%, es cierto que pueden prepararse productos con una relación molar NH_3/H_3PO_4 elevada mientras que la proporción de amoníaco libre, esto es el porcentaje del amoníaco alimentado que sale de la zona de reacción como tal junto con el producto, es baja, pero este producto contiene entonces mucha humedad. En el caso de la granulación, esto da lugar a sobregranulación: se forman demasiados gránulos gruesos e incluso se forman terrones, a no ser que se aplique una relación de recirculación suficientemente alta y/o se introduzca una cantidad suficiente de sustancias sólidas a incorporar, tales como p.ej. cloruro de potasio. Para un contenido alto en P_2O_5 del ácido fosfórico, este riesgo no existe o apenas existe, pero la proporción de amoníaco libre es mayor y tendrán que emplearse relaciones molares NH_3/H_3PO_4 más bajas. No obstante, si están presentes las paletas 15, 16, el mezclado se mejora considerablemente debido a que la rotación impartida a la mezcla de reacción por la alimentación tangencial del amoníaco

cambia de dirección varias veces. El resultado es una relación molar $\text{NH}_3/\text{H}_3\text{PO}_4$ más alta del producto que sale de la zona de reacción B. El uso de paletas es necesario si han de alcanzarse relaciones molares $\text{NH}_3/\text{H}_3\text{PO}_4$ superiores a 1,2:1. La forma especial de las paletas ofrece la ventaja de que el mezclado se mejora considerablemente sin grandes pérdidas de presión. Usualmente son suficientes dos paletas y un número mayor no da lugar usualmente a resultados más favorables. Las altas velocidades utilizadas conducen a un tiempo de permanencia muy corto de la mezcla de reacción en la zona de reacción B. Como resultado, apenas puede eliminarse algún calor de reacción, y la temperatura de la mezcla de reacción se eleva a 180-225°C cerca de la abertura de descarga 17. Sin embargo, el tiempo disponible es demasiado breve para la formación de una cantidad inadmisible de polifosfatos de amonio. El producto de reacción se descarga de la zona de reacción a través de la abertura de descarga 17 a un espacio de recogida en el que reina la presión atmosférica. En la consiguiente expansión repentina, el producto de reacción se atomiza en partículas sólidas finas, mientras que se evapora una parte considerable del agua presente originalmente.

Si el producto de granos finos así obtenido tiene que granularse en gránulos más gruesos, se extiende

sobre un lecho de gránulos que ya se han formado, p.ej.
en un tambor de granulación de acuerdo con las Figs. 2 y
3. En este lecho, la relación molar $\text{NH}_3/\text{H}_3\text{PO}_4$ puede ele-
varse también a, p.ej., 1,6 por distribución de amoníaco
5 líquido en el lecho a través del conducto 21.

El producto descargado del tambor a través
de la abertura 26 se clasifica de un modo conocido. El
producto que es demasiado grueso se tritura y se recircu-
la junto con el producto que es demasiado fino en una can-
10 tidad que asegura que el calor de reacción liberado en el
tratamiento con amoníaco del ácido fosfórico se separa.
Una relación de 3-6 partes de producto recirculado a 1 par-
te de suministro de nuevo aporte es usualmente suficiente
para este propósito.

15 Se llevaron a cabo algunos experimentos so-
bre la base del procedimiento de acuerdo con la invención.
Los datos y los resultados de estos experimentos se men-
cionan en los ejemplos que siguen. Los experimentos se lle-
varon a cabo en equipo dispuesto en paralelo con una uni-
20 dad de producción existente y conectado a los accesorios
constituidos por el tambor de granulación, el tambor de
secado, el sistema de recogida de polvo y una instalación
de lavado en la que el NH_3 descargado junto con el aire
del tambor de granulación y, posiblemente, del tambor de
25 secado así como el polvo contenido en el aire procedente

del sistema de recogida de polvo se recuperaron por lavado con ácido fosfórico de nuevo aporte. El ácido de lavado utilizado, que consiguientemente contenía una cantidad de NH_3 , se utilizó como alimentación al reactor.

5 Ejemplo 1

Se hicieron reaccionar en un reactor ácido fosfórico y NH_3 de acuerdo con la Fig. 1, pero sin paletas 15 y 16. Las dimensiones principales del reactor eran como sigue:

10	Diámetro de la parte cilíndrica 1	75 mm
	Diámetro de la zona de reacción B en una longitud de 1000 mm	124 mm
	Diámetro de la zona de reacción B en una longitud de 350 mm	100 mm
15	Sección transversal de la abertura de salida de amoníaco	325 mm ²
	Sección transversal de la abertura de salida de ácido fosfórico	141 mm ²
	Número de anillos de difusión	2
20	Relación de longitud a diámetro de la zona de reacción	18:1

En los experimentos 1 y 2, el diámetro de la abertura de descarga 17 era 35 mm, y en el experimento 3, 70 mm. La descarga se dirigía hacia abajo mediante un codo de 90°. En el reactor, se preparó un producto cons-

25

tituido casi completamente por dihidrogenofosfato de mono-
amonio a partir de ácido fosfórico con un contenido de
 P_2O_5 de 43,0%. Las cantidades de ácido fosfórico y NH_3
alimentadas, las velocidades de alimentación, y la rela-
5 ción molar NH_3/H_3PO_4 del producto resultante se dan en la
Tabla 1. La eficiencia en NH_3 es el cociente de la rela-
ción molar NH_3/H_3PO_4 en el producto y la misma relación
calculada a partir de las cantidades totales de NH_3 y
 H_3PO_4 alimentadas, y, por consiguiente, es una medida de
10 la cantidad de NH_3 convertida. La cantidad de NH_3 ya
presente en el ácido fosfórico está incluida. El produc-
to fluía libremente desde la abertura de descarga sobre
una superficie estacionaria. Se estableció por medio de
muestras extraídas de diversos puntos del montón resul-
15 tante que el producto mostraba sólo una ligera falta de
homogeneidad. Pero cuando se llevaron a cabo experimen-
tos similares con un reactor en el que la relación de lon-
gitud a diámetro de la zona de reacción era 5:1, la falta
de homogeneidad era considerablemente mayor.

20 Ejemplo 2

Se montaron 6 paletas 15 y 16 en un reactor
en el que la sección transversal de la abertura de salida
de amoníaco era 300 mm^2 y las otras dimensiones eran simi-
lares a las del reactor utilizado en el ejemplo 1. El
25 diámetro de la abertura de descarga 17 era siempre 35 mm.

Se utilizó ácido fosfórico con un contenido de P_2O_5 de 44,7% para preparar un producto que contenía una cantidad considerable de monohidrogenofosfato de diamonio además de dihidrogenofosfato de monoamonio. Los datos correspondientes a los materiales de partida utilizados y los productos resultantes se recogen en la Tabla 2.

Los productos eran totalmente homogéneos. En el experimento 9, en el que la cantidad de NH_3 introducida y la presión de alimentación utilizada eran comparativamente bajas, se encontró que era imposible evitar la deposición del producto, a pesar de purgar regularmente el reactor con vapor de agua. El resultado fue que la presión de alimentación para una capacidad de alimentación de 500 m^3 de NH_3 /hora (T.P.N.) descendió desde 284 a 432 kPa en 6 días y el nivel de ruido se hizo inadmisiblemente alto. Estos fenómenos ya no ocurrían con una cantidad mayor de NH_3 y a la presión de alimentación requerida.

El producto de salida del reactor se recogió en el tambor de granulación, en el que se efectuó una conversión adicional de ácido fosfórico por medio de NH_3 líquido. En este caso, asimismo, una pequeña parte del NH_3 alimentado no se convirtió y pasó desde el tambor al dispositivo de lavado junto con el aire. La absorción de esta cantidad de NH_3 en el ácido de lavado dió lugar a un

aumento de la relación molar $\text{NH}_3/\text{H}_3\text{PO}_4$ del ácido de alimentación hasta los valores indicados en la Tabla 2.

Ejemplo 3

5 El reactor utilizado para los experimentos del ejemplo 1 se equipó con una abertura de descarga 17 con un diámetro de 70 mm y 6 paletas 15 y 16. En este caso, el ácido fosfórico alimentado se diluyó por adición de agua. Se añadió una pequeña cantidad de vapor de agua al NH_3 . Los datos y los resultados se dan en la Tabla 3.

10 Como en los experimentos del ejemplo 2, se alimentó NH_3 líquido en el tambor de granulación y la parte no convertida del mismo se absorbió en el ácido fosfórico en el dispositivo de lavado.

15 En los experimentos 20 a 23, el producto procedente del reactor tiene un contenido tan alto de humedad que se formaban depósitos y terrones en el tambor de granulación, los cuales tenían que separarse varias veces cada hora. El granulado se volvía tan grueso que los experimentos tenían que interrumpirse al cabo de algún tiempo. Si se desea, el producto obtenido en estos experimentos puede transformarse para producir fertilizantes líquidos.

Ejemplo 4

25 Se preparó un producto constituido sustancialmente por dihidrogenofosfato de amonio en un aparato

de acuerdo con la Fig. 2, pero con dos reactores paralelos en lugar de uno. A distancias diferentes de las aberturas de salida de amoníaco y de ácido fosfórico, los dos reactores estaban provistos de dos tubos de descarga dirigidos directamente hacia abajo.

En contraste con los reactores utilizados en los experimentos de los ejemplos 1 a 3, no estaban presentes dos placas de desviación 15, 16. Se hizo uso de ácido fosfórico con un contenido de P_2O_5 comprendido entre 47,5 y 49,5%. La velocidad de salida del ácido fosfórico variaba desde 3,4 a 4,9 m/seg, y la del amoníaco desde 449 a 565 m/seg (T.P.N.). La relación longitud/diámetro de las zonas de reacción en los dos reactores era aproximadamente 18:1.

El producto descargado de los reactores tenía una relación molar NH_3/H_3PO_4 que variaba desde 1,27 a 1,35, dependiendo de, entre otras cosas, la concentración del ácido fosfórico y las cantidades de este ácido y de amoníaco alimentadas. Esta relación se elevó a un valor que variaba desde 1,69 a 1,75 por suministro de amoníaco líquido al lecho en el tambor de granulación.

Ejemplo 1Tabla 1

Experi- mento No.	Alimentación de NH ₃ m ³ /h (T.P.N.) (T.P.N.)	Presión de operación kPa de NH ₃	Alimentación de m ³ /h	m/seg	Alimentación de ácido mol.NH ₃ / H ₃ PO ₄	producto mol.NH ₃ / H ₃ PO ₄	Eficien- cia en NH ₃ %
1	835	714	4,0	8,0	0,18	0,95	80
2	840	718	4,05	8,0	0,17	1,08	92
3	945	808	4,5	8,8	0,22	0,89	85
4	1020	872	5,0	9,8	0,27	0,98	78
5	1050	897	5,0	9,8	0,27	1,02	80
6	1180	1009	5,5	10,8	0,20	1,00	81
7	1280	1094	6,9	11,8	0,17	1,00	83
8	1360	1162	6,5	12,8	0,17	1,02	86

Ejemplo 2

Tabla 2

Expe- rimen to No.	Alimentación de NH_3 m^3/h (T.P.N.)	Alimentación de NH_3 m/seg (T.P.N.)	Presión de opera- ción kPa de NH_3	Alimentación de ácido fosfórico m^3/h	m/seg $\text{mol.NH}_3/$ H_3PO_4	producto $\text{mol.NH}_3/$ H_3PO_4	hume- dad %	Eficien- cia en NH_3 %
9	500	463	284	2,5	5,0	0,36	1,30	
10	587	543	373	2,5	5,0	0,35	1,35	3,8
11	704	652	412	3,0	5,8	0,35	1,35	4,0
12	587	543	333	2,5	5,0	0,35	1,35	5,9
13	636	588	343	2,5	5,0	0,35	1,36	7,3

Ejemplo 3

Tabla 3

Expe- rimen to No.	Alimentación de NH_3 m^3/h (T.P.N.)	Alimentación de NH_3 m/seg (T.P.N.)	Presión de opera- ción kPa de NH_3	Alimentación de ácido fosfórico $\% \text{P}_2\text{O}_5$ m^3/h	m/seg	$\text{ml.NH}_3/$ H_3PO_4	producto $\text{mol.NH}_3/$ H_3PO_4	hume- dad $\%$	Eficien- cia en NH_3 $\%$	
14	1026	857	383	45,6	5,05	10,0	0,42	1,23	6,2	93,2
15	1283	1096	461	45,6	5,05	10,0	0,36	1,37	8,3	92,2
16	1231	1052	461	44,3	5,0	9,8	0,27	1,32	8,3	94,3
17	1108	947	412	44,6	4,95	9,7	0,38	1,31	8,5	93,6
18	1334	1140	481	42,5	5,0	9,8	0,31	1,47	11,2	90,3
19	1231	1052	422	42,0	5,0	9,8	0,36	1,41	10,1	90,9
20	1170	1000	461	40,5	5,0	9,8	0,35	1,49	16,2	93,9
21	964	824	353	40,5	5,0	9,8	0,35	1,34	19,0	97,7
22	1067	912	412	40,5	5,0	9,8	0,35	1,44	16,3	97,4
23	1272	1087	461	39,9	5,0	9,8	0,36	1,51	17,2	87,5

REIVINDICACIONES

- 5 1^a.- Un procedimiento para la preparación
de un producto que contiene ortofosfato de amonio y está
sustancialmente exento de polifosfato de amonio a partir
de amoníaco y ácido fosfórico, en el que el ácido fosfó-
rico y el amoníaco gaseoso se ponen en contacto por medio
10 de un dispositivo de pulverización en dos fases provisto
de dos conductos coaxiales a través del conducto exterior
de los cuales se hace pasar el amoníaco y a través del
conducto interior de los cuales se hace pasar el ácido
fosfórico, caracterizado por el hecho de que la velocidad
15 de salida axial del ácido fosfórico procedente del meca-
nismo de pulverización en dos fases es de 1 a 10 m/seg y

la velocidad de salida axial del amoníaco es de 200 a 1000 m/seg (T.P.N.) y las dos corrientes se ponen en contacto entre sí y se mezclan a fondo en una zona de reacción cilíndrica que forma la prolongación del mecanismo de pulverización en dos fases y que tiene un diámetro de 2-4 veces el diámetro exterior de la corriente de amoníaco que abandona el dispositivo de pulverización en dos fases y una longitud de 10-25 veces dicho diámetro, desembocando la zona de reacción en un espacio de recogida.

5
10
15
2^a.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1^a, caracterizado por el hecho de que se hace uso de un dispositivo de pulverización en dos fases en el que el diámetro y, si se desea, el área de la sección transversal del conducto anular de amoníaco disminuyen gradualmente hacia el final, según se mira en la dirección de flujo.

3^a.- Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1^a ó 2^a, caracterizado por el hecho de que el producto que sale de la zona de reacción se granula distribuyéndolo sobre o en el interior de un lecho móvil de gránulos que ya se han formado, mientras que los gránulos así formados se descargan.

4^a.- Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1^a, 2^a ó 3^a, utilizado para la preparación de ortofosfatos de amonio en los que la relación

molar $\text{NH}_3/\text{H}_3\text{PO}_4$ varía desde 0,6:1 a 1,6:1, caracterizado por el hecho de que el procedimiento se inicia con ácido fosfórico que tiene una concentración de P_2O_5 de 30-54%.

5 5^a.- Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1^a, 2^a ó 3^a, utilizado para la preparación de productos que contienen dihidrogenofosfato de monoamonio y monohidrogenofosfato de diamonio, caracterizado por el hecho de que la mezcla que fluye a través de la zona de reacción se hace pasar a la abertura de salida
10 por la vía de al menos dos placas de desviación retorcidas en direcciones opuestas dispuestas una tras otra según se mira en la dirección de flujo y que tienen una dimensión normal a la dirección de flujo que es igual al diámetro de la zona de reacción.

15 6^a.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 5^a, caracterizado por el hecho de que un producto con una relación molar $\text{NH}_3/\text{H}_3\text{PO}_4$ de 1,25:1 a 1,40:1 se prepara en la zona de reacción a partir de ácido fosfórico con un contenido de P_2O_5 de hasta 45% y este producto
20 se granula en un lecho móvil de gránulos que ya se han formado mientras que se alimenta tanto amoníaco que la relación molar $\text{NH}_3/\text{H}_3\text{PO}_4$ en el producto granulado es 1,6:1 a 1,8:1.

25 7^a.- Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1^a a 6^a, caracterizado

por el hecho de que se alimenta al dispositivo de pulverización en dos fases una cantidad de vapor de agua de 0,5-3% en peso calculada con respecto a la cantidad de amoníaco, además del amoníaco gaseoso.

5 8ª.- Un procedimiento para la preparación de un producto que contiene ortofosfato de amonio.

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

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

Madrid, 28. AGO. 19' 9

15 P.A.

Fernando de Eizaburu
Por Poderes 

20

25

7089

jga

P 72 08 4

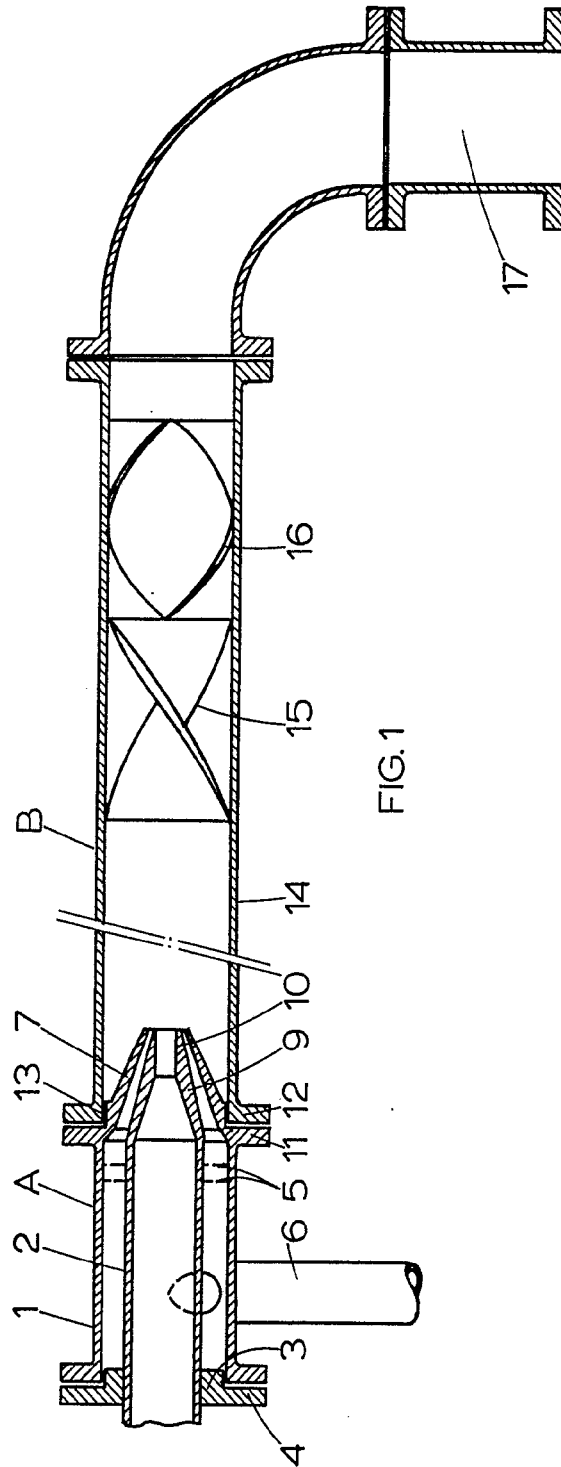


FIG. 1

P 72 08 4

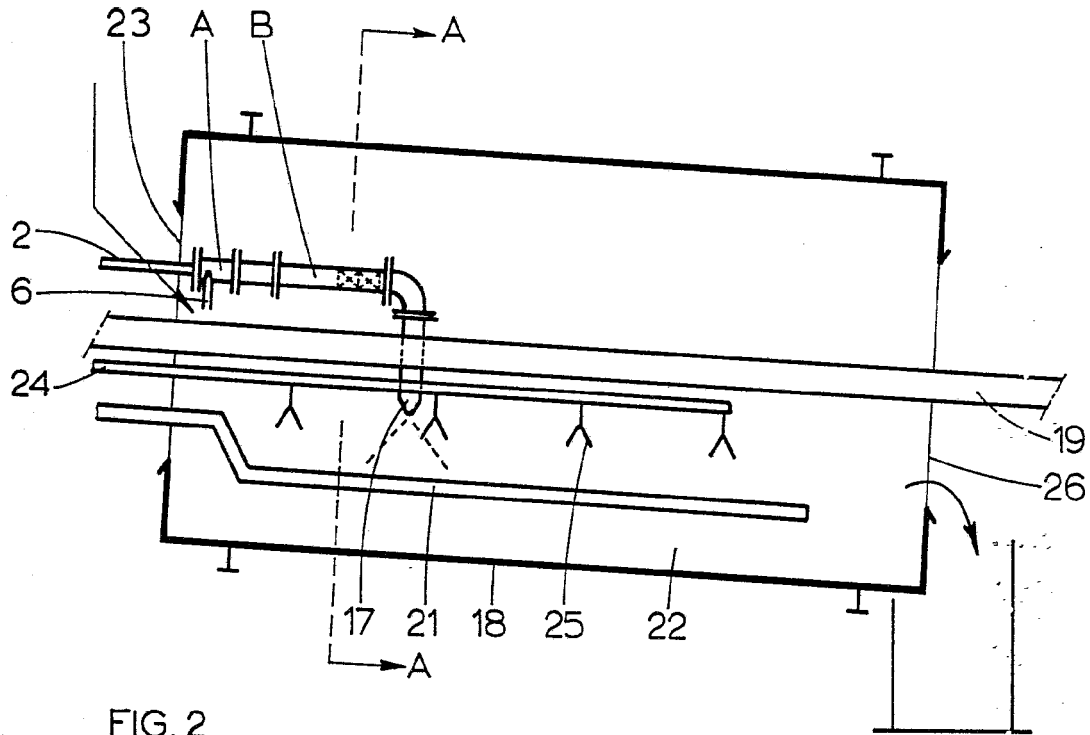


FIG. 2

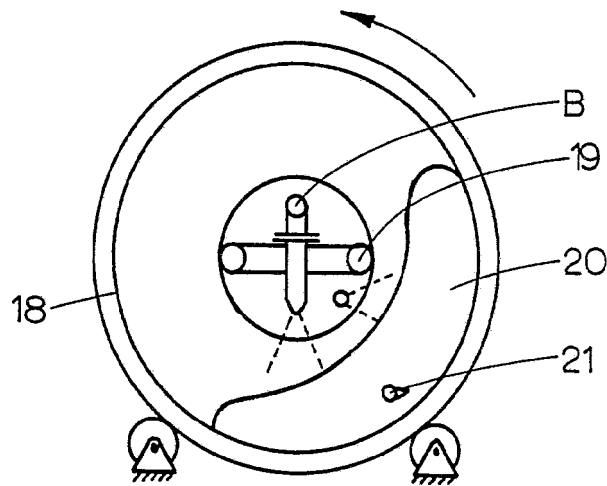


FIG. 3

Fernando de Eizaburu
Por Poder.