

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 536 917**

51 Int. Cl.:

C05D 9/02 (2006.01)

C05B 7/00 (2006.01)

C05B 17/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **25.08.2005 E 05076959 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **25.02.2015 EP 1630150**

54 Título: **Método para producir un fertilizante con micronutrientes**

30 Prioridad:

31.08.2004 US 929501

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

29.05.2015

73 Titular/es:

**THE MOSAIC COMPANY (100.0%)
3033 Campus Drive Suite E490
Plymouth, MN 55441, US**

72 Inventor/es:

PEACOCK, LAWRENCE ALAN

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 536 917 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Método para producir un fertilizante con micronutrientes

Antecedentes de la invención

5 Además de los nutrientes primarios, tales como carbono, hidrógeno, oxígeno, nitrógeno, fósforo y potasa, las plantas requieren nutrientes y micronutrientes secundarios. Los nutrientes secundarios se requieren en cantidades menores que los nutrientes primarios, e incluyen calcio, azufre y magnesio. Los micronutrientes se requieren en cantidades muy pequeñas, menores que las cantidades de nutrientes secundarios, e incluyen cinc, manganeso, hierro, cobre, molibdeno, boro, cloro, cobalto y sodio.

10 Los nutrientes primarios nitrógeno, fósforo, y potasa pueden suministrarse a través de fertilizantes. Dependiendo de las necesidades de la planta, también es posible suministrar micronutrientes a través de fertilizantes. Sin embargo, debido a las cantidades tan pequeñas, es difícil incorporar los micronutrientes en fertilizantes de una manera que suministren pequeñas cantidades del(de los) micronutriente(s) a cada planta sustancialmente de forma uniforme.

15 Se conocen métodos para producir fertilizantes a partir de ácido fosfórico y amoníaco usando reactores de tubos cruzados a partir de los documentos US 4.601.891, WO 03/031375 y US 4.377.406. El documento US 4.134.750 también describe un proceso para la producción de fertilizantes a partir de ácido fosfórico, ácido sulfúrico y amoníaco usando solo un reactor de tubos cruzados. En Achorn FP et al. *Granulation using pipe cross reactors*, Manual of Fertilizer Processing (1986), páginas 307-331, se describen reactores de tubos cruzados para su uso en la producción de fertilizantes. El documento WO 2004/043878 describe un proceso para fabricar fertilizantes que contienen azufre a partir de una mezcla de amoníaco y ácido fosfórico y agua en una unidad de reactor y combinando con una fase líquida que comprende azufre. La unidad de reactor puede ser un preneutralizador.

Compendio de la invención

25 Para abordar estas y/u otras preocupaciones, el inventor propone un método de producción de un fertilizante de fosfato en el que una primera parte del fosfato se produce en un reactor de tubos cruzados, y una segunda parte del fosfato se produce en un preneutralizador. Tanto la primera como la segunda partes del fosfato se suministran a un granulador. Se añade amoníaco al granulador para que reaccione con la primera y segunda partes del fosfato.

La segunda parte es de 22% en peso a 38% en peso del fertilizante de fosfato, produciéndose el resto en el reactor de tubos cruzados y el granulador. El fertilizante de fosfato puede ser monofosfato de amonio o difosfato de amonio.

30 Puede usarse una razón diana de amoníaco a ácido fosfórico para conseguir un producto deseado. En este caso, pueden suministrarse amoníaco y ácido fosfórico al preneutralizador con una carencia de amoníaco y una razón de amoníaco a ácido fosfórico menor que la razón diana. El amoníaco añadido al granulador compensa la carencia de amoníaco. Como resultado de la carencia, la segunda parte del fosfato puede tener una solubilidad que es mayor que una solubilidad del fosfato producido usando la razón diana. Para el reactor de tubos cruzados, el amoníaco y el ácido fosfórico pueden suministrarse sustancialmente a la razón diana.

35 El inventor propone un método de producción de un fertilizante de fosfato en el que se añade un micronutriente al ácido fosfórico para producir un ácido enriquecido, y el ácido enriquecido y amoníaco se añaden a un reactor de tubos cruzados donde se les permite reaccionar para producir fosfato de amonio. Puede usarse un único micronutriente o una pluralidad de micronutrientes. Son ejemplos de posible micronutrientes cinc, manganeso, hierro, cobre, molibdeno, boro, cloro, cobalto y sodio.

40 Una primera parte del fosfato se produce en el reactor de tubos cruzados. Para producir una segunda parte del fosfato, se combinan amoníaco y ácido fosfórico en un preneutralizador. Se añade un micronutriente al ácido fosfórico antes de que el ácido fosfórico se combine con el amoníaco en el preneutralizador. La primera y segunda partes del fosfato se añaden a un granulador.

Breve descripción de los dibujos

45 Estos y otros objetos y ventajas de la presente invención resultarán más evidente y se podrán apreciar más fácilmente a partir de la siguiente descripción de las realizaciones preferidas, tomadas junto con los dibujos adjuntos, en los que:

La Fig. 1A es un diagrama esquemático de un sistema para producir un fertilizante al cual se han añadido micronutrientes.

50 La Fig. 1B es una curva de solubilidad, que muestra la solubilidad en agua del fosfato de amonio a diferentes temperaturas para una razón molar variable de nitrógeno a fósforo.

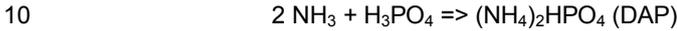
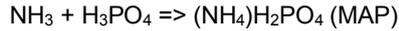
La Fig. 2 es una vista esquemática de un reactor de tubos cruzados mostrado en la Fig. 1.

La Fig. 3 es una vista en sección transversal de un granulador mostrado en la Fig. 1.

Descripción detallada de la realización preferida

Se hará ahora referencia en detalle a las realizaciones preferidas de la presente invención, ilustrándose ejemplos de la misma en los dibujos adjuntos, en los que los números de referencia similares se refieren a los mismos elementos a lo largo de la misma.

5 La Fig. 1A es un diagrama esquemático de un sistema para producir un fertilizante al cual se han añadido micronutrientes. En la Fig. 1A, se produce un fertilizante de fosfato de amonio haciendo reaccionar ácido fosfórico (H_3PO_4) con amoníaco (NH_3) en una reacción exotérmica. Pueden producirse monofosfato de amonio ("MAP") o difosfato de amonio ("DAP") de acuerdo con las siguientes reacciones, dependiendo de la razón de los dos reactivos.



El proceso mostrado en la Fig. 1A implica la combinación de una reacción de valoración directa y una reacción en un reactor de tubos cruzados. Se suministra un preneutralizador 1 con ácido fosfórico desde un primer tanque 3 de ácido y amoníaco desde una fuente 6 de amoníaco. La reacción en un reactor de tubos cruzados ocurre en el reactor 7 de tubos cruzados (PCR), al que se suministra ácido fosfórico desde un segundo tanque 9 de ácido y amoníaco desde la fuente 5 de amoníaco. Los micronutrientes se suministran al fertilizante disolviendo en primer lugar los micronutrientes en el primer tanque 3 de ácido y el segundo tanque 9 de ácido. Aunque pueden usarse diferentes razones, puede producirse de 33% en peso a 99% en peso, más particularmente, de 50% en peso a 80% en peso, y aún más particularmente de 62% en peso a 72% en peso del fosfato de amonio en el PCR 7, produciéndose el resto en el preneutralizador 1.

20 El preneutralizador 1 es un reactor agitado que produce una suspensión de fosfato de amonio. Puede producirse cualquiera de MAP o DAP o una combinación de los dos en el preneutralizador 1 dependiendo de la razón de amoníaco y ácido fosfórico. El fosfato de amonio producido en el preneutralizador 1 se suministra a un granulador 9. El tiempo de contacto en el preneutralizador puede ser de 5 a 55 minutos, más particularmente, de 15 a 45 minutos, y aún más particularmente, de 25 a 35 minutos.

25 El PCR 7 es un reactor con forma tubular donde se forma fosfato de amonio haciendo reaccionar amoníaco y ácido fosfórico. Como en el preneutralizador 1, en el PCR 7 puede producirse cualquiera de MAP o DAP o una combinación de los dos. El calor descargado en la salida del PCR 7 era de 600.000 BTU/h/pulg² en un ejemplo, puesto que la reacción entre el amoníaco y el ácido fosfórico es exotérmica. La alta temperatura en el PCR 7 ayuda a dirigir la reacción directa a una alta velocidad.

30 El fosfato de amonio sale del PCR 7 hacia el granulador 9 en forma de pulverización porque el fosfato de amonio está fundido debido a la alta temperatura en el PCR 7. Después de salir, se enfría inmediatamente para formar gránulos. La forma de estos gránulos puede ser irregular, con bultos. Estos bultos pueden eliminarse cuando el fosfato de amonio del PCR 7 se hace reaccionar adicionalmente con amoníaco en el granulador 9. El granulador 9 funciona entonces para formar el fertilizante en un producto que puede aplicarse fácilmente a las plantaciones apropiadas.

35 Como se analizará con más detalle más adelante, el granulador 9 se forma como un lecho de laminado. Un lecho de fosfato de amonio dentro del granulador se extiende desde un suelo parcialmente hasta la pared rotatoria, a medida que el granulador gira. Además de las salidas del preneutralizador 1 y el PCR 7, el granulador también se suministra con amoníaco desde un rociador 11 de amoníaco. El amoníaco emitido desde el rociador 11 de amoníaco completa la reacción del fosfato de amonio. La reacción es por tanto una reacción de valoración directa. El granulador 9 también se suministra con fertilizante reciclado a partir de una corriente 13 de reciclado.

40 El fosfato de amonio formado en el granulador 9 está sustancialmente libre de bultos y forma gránulos que tienen sustancialmente alta esfericidad. Cuanto mayor es la esfericidad de los gránulos de fosfato de amonio, más fácilmente fluyen los gránulos para una mayor eficacia de almacenamiento, manipulación, transporte, y aplicación. La esfericidad aumenta a medida que los gránulos de fosfato de amonio se reciclan repetidamente de vuelta al granulador 9 a través de la corriente 13 de reciclado.

45 La salida del granulador está a una altura reducida respecto a la entrada, causando así que el producto salga para secarse en un tambor 15 de secado. En el tambor 15 de secado, se hace pasar aire caliente, a una temperatura de aproximadamente 204 a 371°C (de 400 a 700°F), y más particularmente de 260 a 316°C (de 500 a 600°F), sobre el fertilizante según se seca. El aire caliente puede producirse a partir de un quemador de gas, y puede enviarse a través del secador en una dirección de corriente paralela a la dirección de flujo del fertilizante. El secador puede formarse también como un secador de lecho rotatorio.

50 Desde el tambor 15 de secado, el producto secado se envía a los tamices 17. Los tamices 17 pueden incluir una pluralidad de tamices vibratorios que separan las partículas que son demasiado pequeñas o demasiado grandes respecto a un tamaño diana predeterminado. Las partículas de tamaño excesivo se envían a una trituradora 19. Para ello, puede usarse un molino de rodillos, un molino de cadenas, u otros dispositivos de machacado para triturar las

partículas con tamaño excesivo para reducir el tamaño de las partículas. Las partículas trituradas se combinan con partículas con tamaño inferior a la media y se reciclan de vuelta al granulador 9. La corriente 13 se denomina "finos reciclados".

5 Los tamices 17 también separan una corriente de producto que contiene partículas que satisfacen el tamaño diana predeterminado. La corriente de producto se enfría en un colector 21. Antes de enviarla al colector para que se enfríe, una parte de las partículas correctamente dimensionadas puede reciclarse de vuelta al granulador 9, junto con las partículas con tamaño inferior a la media y las partículas con tamaño excesivo trituradas. El reciclado potencial de partículas correctamente dimensionadas se marca como corriente 23 en la Fig. 1A. Cualquiera de los volátiles emitidos durante el proceso de enfriamiento, así como los volátiles emitidos desde el tambor 15 de secado o el granulador 9 pueden alimentarse a un lavador donde se tratan antes de purgarlos a la atmósfera.

10 La Fig. 1B es una curva de solubilidad (Frank Achom y David Saliday, "Latest Developments in use of TVA Rotary Ammonia Granulator", AIChE Meeting, Washington, D.C., noviembre 1983), que muestra la solubilidad en agua de fosfato de amonio a diferentes temperaturas para una razón molar variable de nitrógeno a fósforo. Como puede verse, hay dos mínimos en la curva de solubilidad, respectivamente a razones N/P de 1,0 y 2,0. En estos mínimos, muy poco fosfato de amonio permanece en solución. El mínimo a 1,0 representa MAP, y el mínimo a 2,0 representa DAP.

15 Las cantidades de amoniaco y ácido fosfórico que se alimentan a los diversos componentes en la Fig. 1A se controlan basándose en la curva de solubilidad. La Fig. 1B muestra que la solubilidad aumenta con el aumento de temperatura. El PCR7 funciona a una temperatura muy elevada. A estas temperaturas, el fosfato de amonio es un líquido fundido. Pueden alimentarse amoniaco y ácido fosfórico en el PCR 7 a la razón de amoniaco a ácido fosfórico (N/P) deseada en un intervalo de aproximadamente 1,0 a 2,0.

20 Por otro lado, el fosfato de amonio, que se desplaza del preneutralizador 1 al granulador 9, está a una temperatura reducida. La razón molar N/P en el preneutralizador está fuera de los mínimos de baja solubilidad, y esto puede ayudar a mantener el fosfato de amonio como una suspensión antes de su introducción en el granulador 9. Para fabricar MAP, la razón N/P de reactivos alimentados al preneutralizador puede ser de 0,3 a 0,8, más particularmente de 0,5 a 0,7, y aún más particularmente de 0,55 a 0,65. Para fabricar DAP, la razón N/P de reactivos alimentados al preneutralizador puede ser de 1,1 a 1,7, más particularmente de 1,3 a 1,5, y aún más particularmente de 1,35 a 1,45.

25 Cuando se fabrica cualquiera de MAP o DAP, el preneutralizador trabaja directamente sobre la cantidad de amoniaco. Las reacciones para producir fosfato de amonio se completan en el granulador 9. El amoniaco suministrado al granulador 9 a través del rociador 11 compensa la carencia de amoniaco en el preneutralizador 1. Una parte del amoniaco liberado del rociador 11 de amoniaco puede permanecer sin reaccionar. Para asegurar que se alimenta la cantidad apropiada de amoniaco al granulador 9 a través del rociador 11 de amoniaco, el producto fosfato de amonio puede analizarse para determinar la razón N/P del producto. La razón N/P se refleja en el pH del producto. Por lo tanto, puede usarse un simple ensayo de pH para determinar la razón N/P.

30 El primer y segundo tanques 3, 9 de ácido deben estar suficientemente bien agitados para disolver los micronutrientes en el ácido. Además de los micronutrientes, puede añadirse una fuente de sulfato a uno o ambos tanques 3, 9 de ácido, como se describe en la Patente de Estados Unidos N° 6.544.313, que se incorpora en la presente memoria por referencia. Uno o ambos de los tanques 3, 9 de ácido tienen tabiques deflectores para aumentar la eficiencia de mezclado. Los tanques 3, 9 de ácido se agitan con un agitador de tipo propulsor.

35 Aunque pueden usarse diferentes temperaturas, puede ser deseable que los tanques 3, 9 de ácido se calienten a una temperatura asociada con la temperatura de reacción del preneutralizador 1 y/o el PCR 7. Las temperaturas elevadas ayudan también a disolver los micronutrientes. La temperatura de los tanques 3, 9 de ácido puede estar en un intervalo de 260 a 316°C (de 140 a 260°F), más particularmente, de 79 a 107°C (de 175 a 225°F), y aún más particularmente de 90 a 96°C (de 195 a 205°F). Estas temperaturas pueden acercarse a la temperatura del preneutralizador.

40 La reacción para producir fosfato de amonio es una reacción exotérmica. Si se usa NH_3 en su estado gaseoso natural a o por encima de la temperatura ambiente, entonces ocurrirá una violenta reacción entre NH_3 y H_3PO_4 gaseosos. Por lo tanto, se sugiere el uso de NH_3 líquido, que requiere calentamiento para vaporizarlo a NH_3 gaseoso ayudando así en la retirada de parte del calor del sistema. El uso de NH_3 líquido es especialmente útil en el PCR 7, donde la temperatura puede estar en el intervalo de aproximadamente 104 a 193°C (de 220 a 380°F). Cuando el NH_3 se añade al preneutralizador 1 empieza la reacción exotérmica con el H_3PO_4 , causando que la temperatura aumente por encima de la temperatura del ácido. El aumento de temperatura depende de la cantidad de amoniaco añadido. Por ejemplo, la temperatura en el preneutralizador puede ser de 93 a 135°C (de 200 a 275°F) y más particularmente de 107 a 121°C (de 225 a 250°F).

45 Los tanques de ácido se calientan por medios convencionales tales como encamisado de vapor. Además del calor suministrado de esta manera, si se añaden micronutrientes al tanque de ácido, puede haber una reacción exotérmica con el ácido fosfórico. Por ejemplo, cuando se añade óxido de cinc como un micronutriente, el calor producido por la reacción con ácido fosfórico puede aumentar la temperatura en el tanque de ácido de 3 a 20°C (de

5 a 35°F), más particularmente de 5 a 17°C (de 10 a 30°F) y aún más particularmente de 8 a 14°C (de 15 a 25°F). Por lo tanto, la adición de micronutrientes puede reducir la energía requerida para calentar el tanque o tanques de ácido.

5 La Fig. 2 es una vista esquemática de un reactor de tubos cruzados mostrado en la Fig. 1. El reactor de tubos cruzados tiene una tubería interna 71 y una tubería externa 73. Hay dos entradas a la tubería interna 71. Se introduce amoníaco líquido a través de una primera abertura 711, y se introduce vapor a través de una segunda
10 abertura 712. La tubería interna 71 tiene una descarga 713 localizada en una localización corriente abajo en el reactor de tubos cruzados. La tubería interna 71 puede extenderse del 1 al 25% a lo largo de la longitud de la tubería externa 73. Más particularmente, la tubería interna 71 puede extenderse del 3 al 17% y aún más particularmente del
15 8 al 12% a lo largo de la longitud de la tubería externa 73. Introduciendo vapor con el amoníaco, es posible evitar obstrucción el reactor de tubos cruzados. Como se ha analizado anteriormente, la reacción exotérmica en el PCR 7 se hace avanzar a alta velocidad, produciendo así grandes cantidades de fosfato de amonio en un periodo de tiempo relativamente corto, potencialmente causando problemas de "obturación" u "obstrucción" del PCR 7.

15 La tubería externa 73 se suministra con ácido fosfórico a través de una entrada 731 y se suministrado con agua de lavado a través de una entrada 733. En el extremo de descarga 713 de la tubería interna 71, el ácido fosfórico reacciona con el amoníaco líquido. El agua de lavado actúa como un refrigerante para controlar la temperatura del PCR. El número de referencia 75 representa dos placas, que sellan la tubería interna 71 a la tubería externa 73. Las
20 placas 75 aseguran que no se descarga fosfato de amonio en el extremo corriente arriba del PCR. En el lado contrario a las placas 75, el PCR tiene una salida 77. La salida 77 tiene un diámetro reducido respecto a la tubería externa 73. El diámetro reducido mantiene el PCR a una presión elevada de manera que la reacción ocurre rápida y
25 violentamente, y los productos se descargan. El diámetro de la salida 77 del PCR 73 puede reducirse en un 10 a 50%, más particularmente, en un 15 a 44% del diámetro de la tubería externa 73. Puede proporcionarse un codo 79 en la salida 77 para dirigir el fosfato de amonio sobre el lecho de laminado del granulador 9. Específicamente, el codo 79 puede dirigir el fosfato de amonio fundido sobre los finos reciclados.

25 El reactor de tubos cruzados puede funcionar a una temperatura en un intervalo de 104 a 193°C (de 220 a 380°F), más particularmente de 121 a 177°C (de 250 a 350°F), y aún más particularmente de 143 a 154°C (de 290 a 310°F). Si el reactor de tubos cruzados se obtura y obstruye, entonces la temperatura podría aumentar cientos de grados en unos pocos segundos. Por lo tanto, es necesario asegurar que el PCR no se obstruya, y se proporciona una pluralidad de termpares 78 para este fin. Debido a la elevada temperatura, la mayor parte del agua de las entradas
30 733 y 712 sale como vapor. Cuando el fosfato de amonio fundido sale del codo 79, hay una caída sustancial de temperatura, causando que el fosfato de amonio fundido solidifique tras la descarga.

35 La Fig. 3 es una vista en sección transversal de un granulador mostrado en la Fig. 1 A. El granulador 9 se forma como un tambor rotatorio que tiene paredes 901 externas. A medida que rota el tambor, se acumula un lecho de fosfato de amonio parcialmente en una de las paredes dentro del granulador 9. El número de referencia 903
40 representa la superficie superior del lecho de fosfato de amonio sobre la pared. La gravedad junto con una rasqueta 905 que se mueve lentamente que tiene cuchillas 907 raspadoras actúa para mantener el fosfato de amonio separado de las paredes superiores del granulador. Una serie de las cuchillas 907 raspadoras se extiende desde la rasqueta 905 raspando cualquier acumulación de las paredes del granulador a medida que la rasqueta 905 se
45 mueve lentamente hacia detrás y hacia delante y hacia dentro y hacia fuera de la carcasa del granulador. El granulador tiene una pluralidad de entradas. Los finos 13 reciclados se descargan en el granulador 9 a través de un transportador 909. Si se desea, puede introducirse azufre a través del conducto 911. La salida del conducto 911 está corriente abajo respecto a la introducción de los finos 13 reciclados. El número de referencia 7 representa el reactor de tubos cruzados, que suministra al granulador 9 corriente abajo desde la fuente de finos reciclados 909 y de azufre 911. El fosfato de amonio del preneutralizador se introduce a través de un conducto 915, que puede estar provisto corriente abajo del reactor de tubos cruzados 7.

50 Se añade amoníaco gas al granulador 9 desde el rociador 11 de amoníaco. El rociador 11 de amoníaco tiene una pluralidad de orificios para liberar amoníaco y se proporciona por debajo del lecho de laminado de fosfato de amonio. Se proporciona un casquillo en un extremo de entrada 917 del granulador. Se proporciona también un casquillo en un extremo de salida 919 del granulador. Para asegurar que el producto salga del extremo de salida 919 (y no del extremo de entrada 917), el casquillo en la salida 919 es más estrecho que el casquillo en la entrada 917. Por lo tanto, se reduce la elevación en la salida 919.

55 Añadiendo uno o más micronutrientes de acuerdo con el método descrito anteriormente, se produce un fertilizante, que tiene el(los) micronutriente(s) en una cantidad de 0,01% en peso a 5% en peso, más particularmente de 0,1 a 3% en peso, y aún más particularmente de 1 a 1,5% en peso. Con el proceso descrito anteriormente, los micronutrientes se distribuyen equitativamente por todo el fertilizante de forma que puede suministrarse uniformemente una pequeña cantidad del micronutriente a las plantas que se van a fertilizar.

Ejemplos

Se realizaron dos ensayos para determinar si podían introducirse micronutrientes en el fertilizante usando un reactor de tubos cruzados. Ambos ensayos examinaron una formulación de MAP con un contenido de cinc de

aproximadamente 1% en peso, donde todo el material de cinc (proporcionado en forma de óxido de cinc (ZnO)) se disolvió en el ácido fosfórico alimentado al PCR. Debe observarse que pueden usarse compuestos de cinc distintos de ZnO como una fuente de cinc. Para el PCR, se usó una tubería de Hastelloy C de 19,05 mm (tres cuartos de pulgada). La tubería externa tenía una longitud de 2,13 m (84 pulgadas). La tubería interna estaba formada de una tubería de Hastelloy C de 6,35 mm (un cuarto de pulgada). La salida de la tubería interna estaba a 22,9 cm (9 pulgadas) de la entrada al PCR. En la salida del PCR, se proporcionó un codo de 3,18 mm (1/8 pulgadas).

El primer ensayo añadió tanto azufre elemental como azufre en forma de sulfato. El segundo ensayo no añadió nada de azufre. La abertura de 3,18 mm (1/8 pulgada) en la tubería de Hastelloy C proporcionó suficiente flujo en la descarga y proporcionó un buen patrón de pulverización. Tanto en el primero como en el segundo ensayo, dos tercios del ácido fosfórico añadido se suministró a través del PCR donde se hizo reaccionar parcialmente con amoniaco anhidro. El tercio restante del ácido fosfórico se neutralizó parcialmente con amoniaco anhidro en un reactor preneutralizador. Se usó el rociador de amoniaco por debajo del lecho en el granulador para completar la adición de amoniaco y producir una razón molar N:P de 1:1 en la descarga del granulador. En ambos casos, el PCR funcionó muy bien, amoniacando parcialmente la masa del ácido fosfórico antes de pulverizarlo en el granulador.

Para el primer ensayo, donde se añadió azufre, la disolución de sulfato de amonio (la fuente de sulfato) y ZnO en el tanque de ácido para el PCR no afectó materialmente al rendimiento del PCR. El calor en el PCR se controló enfriando con vapor a baja presión. Para el segundo ensayo, solo se añadió ZnO al tanque de ácido que alimentaba el PCR. El ZnO no afectó materialmente al rendimiento del PCR. La temperatura del PCR se controló con agua de lavado. Para el segundo ensayo, el MAP se descargó a una temperatura de aproximadamente 176°C (350°F).

Los productos producidos de acuerdo con el primer y segundo ensayos se analizaron, mostrándose los resultados a continuación.

	Análisis Convencionales,%			Ensayos con Azufre,%			Ensayos con Cinc,%			
	N Tot.	TPA	APA	SO ₄ -S	S ⁰	S Tot.	Total	WS	CS	Dispon.
Ensayo 1	10,3	45,8	43,6	3,5	4,5	8,0	1,20	0,30	0,82	1,12
Ensayo 2	9,9	52,5	50,7	0	0	0	1,20	0,20	0,97	1,17

Los análisis convencionales, las tres primeras columnas de la tabla, muestran N total (N Tot.), P₂O₅ total (TPA), y P₂O₅ disponible (APA), respectivamente. Para el primer ensayo, se determinó que el fertilizante tenía un 3,5% en peso de sulfato azufre (SO₄-S) y un 4,5% en peso de azufre elemental (S⁰), siendo el azufre total (S Tot.) del 8,0% en peso. Para el micronutriente cinc, el fertilizante contenía un 1,20% en peso de cinc total (Total). De este 1,20% en peso, un 0,30% en peso era soluble en agua (WS) y un 0,82% en peso era soluble en citrato (CS). Por lo tanto, del 1,2% en peso añadido, un 1,12% en peso (Dispon.) estaba en una forma disponible para la nutrición de la planta. Para el segundo ensayo, el fertilizante contenía de nuevo un 1,20% en peso cinc. De este 1,20% en peso, un 0,20% en peso era soluble en agua, y un 0,97% en peso era soluble en citrato. Con un 1,17% en peso (Dispon.) del cinc disponible para la nutrición de la planta, se determinó que el reactor de tubos cruzados es una opción viable para suministrar micronutrientes.

La invención se ha descrito en detalle con referencia particular a las realizaciones preferidas de la misma y ejemplos.

REIVINDICACIONES

1. Un método de producción un fertilizante de fosfato, que comprende:
 - producir una primera parte del fertilizante de fosfato que comprende –
añadir un micronutriente sólido a ácido fosfórico en un tanque de ácido agitado y calentado para disolver el
5 micronutriente y producir un ácido enriquecido,
añadir el ácido enriquecido y el amoniaco líquido a un reactor de tubos cruzados, y
permitir que el ácido enriquecido y el amoniaco reaccionen para producir fosfato de amonio fundido, en el que
una razón de amoniaco a ácido fosfórico (N/P) alimentada al reactor de tubos cruzados está en un intervalo de 1,0
a 2,0;
 - 10 producir una segunda parte del fertilizante de fosfato que comprende –
añadir un micronutriente a ácido fosfórico en un tanque de ácido agitado y calentado para disolver el
micronutriente y producir un ácido enriquecido, y
combinar amoniaco y ácido enriquecido en un preneutralizador para producir fosfato de amonio, en el que una
razón de amoniaco a ácido fosfórico (N/P) alimentada al preneutralizador está en un intervalo de 0,3 a 0,8 cuando el
15 fosfato de amonio comprende un mono-fosfato de amonio (MAP), y de 1,1 a 1,7 cuando el fosfato de amonio
comprende di-fosfato de amonio (DAP); y
suministrar tanto la primera como la segunda partes del fertilizante de fosfato a un granulador, en el que la
segunda parte es de 22% en peso a 38% en peso del fertilizante de fosfato, produciéndose el resto en el reactor de
tubos cruzados y el granulador, caracterizada la primera parte fundida por su enfriamiento para formar gránulos tras
20 la descarga del reactor de tubos cruzados.
2. El método según la reivindicación 1, en el que se añade una pluralidad de micronutrientes.
3. El método según la reivindicación 1, en el que el micronutriente es al menos un elemento seleccionado del grupo
que consiste en cinc, manganeso, hierro, cobre, molibdeno, boro, cloro, cobalto y sodio.
4. El método según la reivindicación 1, en el que el micronutriente se añade a ácido fosfórico en un reactor agitado.
- 25 5. El método según la reivindicación 4, en el que el reactor agitado está calentado.
6. El método según la reivindicación 4, en el que el micronutriente se añade en forma de un compuesto sólido, que
se disuelve en el ácido fosfórico.
7. El método según la reivindicación 4, en el que el micronutriente es óxido de cinc.
8. El método según la reivindicación 1, en el que el fertilizante de fosfato contiene de 0,1% en peso a 5% en peso de
30 micronutriente.
9. El método según la reivindicación 1, en el que el reactor de tubos cruzados tiene una salida con un diámetro
interno reducido del 10 al 50% del diámetro interno del reactor de tubos cruzados.
10. El método según la reivindicación 1, en el que el reactor de tubos cruzados tiene tuberías interna y externa
concéntricas, se añade amoniaco a la tubería interna, y se añade ácido fosfórico a la tubería externa.
- 35 11. El método según la reivindicación 10, en el que se añade vapor a la tubería interna, y se añade agua a la tubería
externa.
12. El método según la reivindicación 10, en el que la tubería interna se extiende del 1 al 25% a lo largo de la
longitud de la tubería externa.
13. El método según la reivindicación 1, en el que se añade amoniaco al preneutralizador en forma de un gas.
- 40 14. El método según la reivindicación 1, en el que se produce del 33 al 99% en peso del fosfato en el reactor de
tubos cruzados.
15. El método según la reivindicación 1, en el que se añade amoniaco al reactor de tubos cruzados en forma de un
líquido.
- 45 16. El método según la reivindicación 1, en el que el amoniaco y el ácido fosfórico en el preneutralizador tienen un
tiempo de contacto de 5 a 55 minutos.
17. El método según la reivindicación 1, en el que se añade amoniaco al granulador para completar la formación del
fosfato.
18. El método según la reivindicación 17, en el que se suministran amoniaco y ácido fosfórico al preneutralizador a
una razón de amoniaco a ácido fosfórico, que es menor que una razón de amoniaco a ácido fosfórico usada para el
50 reactor de tubos cruzados, y el fosfato producido a partir del preneutralizador tiene una mayor solubilidad en agua a

una temperatura dada que el fosfato producido en el reactor de tubos cruzados.

19. El método según la reivindicación 17, en el que el fosfato producido en el preneutralizador se alimenta al granulador en una locación corriente abajo respecto a una salida de fosfato del reactor de tubos cruzados.
- 5 20. El método según la reivindicación 19, en el que una parte del fosfato que sale del granulador se recicla de vuelta al granulador, y el fosfato reciclado se introduce en una locación corriente arriba respecto a la salida de fosfato del reactor de tubos cruzados y la locación donde el fosfato producido en el preneutralizador se alimenta al granulador.
21. El método según la reivindicación 17, en el que el fosfato granulado sale del granulador, una parte del fosfato granulado que sale del granulador se recicla de vuelta al granulador.
- 10 22. El método según la reivindicación 21, en el que el fosfato granulado que sale del granulador se seca y después se separa de acuerdo con el tamaño de partícula.
23. El método según la reivindicación 22, en el que las partículas con tamaño inferior a la media se reciclan de vuelta al granulador, y las partículas con tamaño excesivo se trituran y después se reciclan de vuelta al granulador.
24. El método según la reivindicación 1, en el que la primera parte es de 62% en peso a 72% en peso del fertilizante de fosfato, produciéndose el resto en el preneutralizador y el granulador.
- 15 25. El método según la reivindicación 17, en el que una razón diana de amoníaco a ácido fosfórico logra un producto deseado, se suministran amoníaco y ácido fosfórico al preneutralizador con una carencia de amoníaco y una razón de amoníaco a ácido fosfórico menor que la razón diana, y el amoníaco añadido al granulador compensa la carencia de amoníaco.
- 20 26. El método según la reivindicación 25, en el que se suministran amoníaco y ácido fosfórico al reactor de tubos cruzados sustancialmente a la razón diana.
27. El método según la reivindicación 25, en el que la segunda parte del fosfato tiene una solubilidad en agua a una temperatura dada, que es mayor que una solubilidad en agua del fosfato producido usando la razón diana.

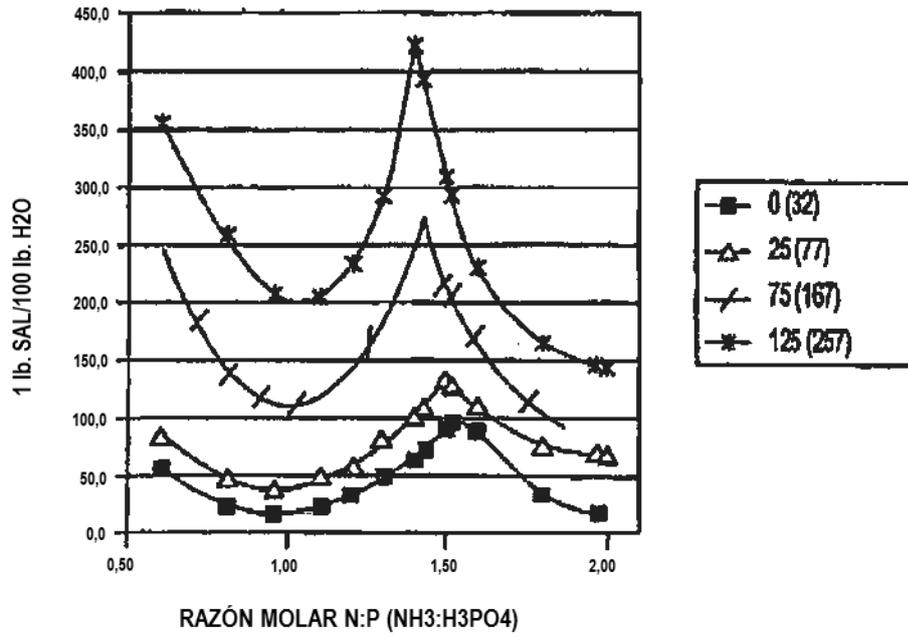


FIG. 1B

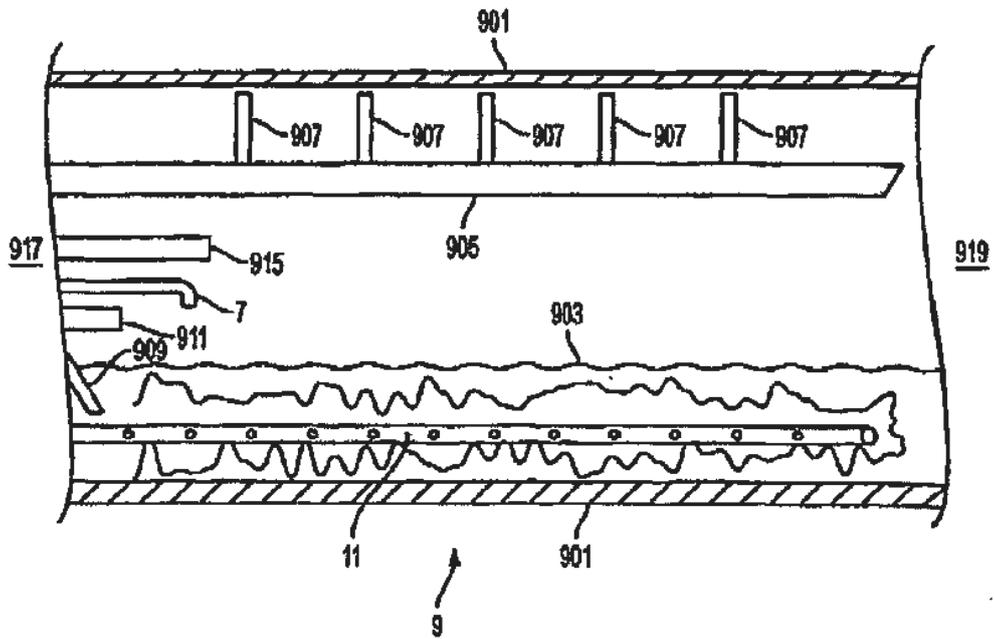


FIG. 3