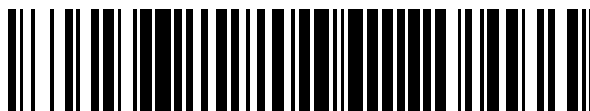


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 718 607**

51 Int. Cl.:

B01J 2/04 (2006.01)

C05C 1/02 (2006.01)

C05C 3/00 (2006.01)

C05G 3/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **08.09.2006 E 06120372 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **06.02.2019 EP 1897610**

54 Título: **Método de elaboración de aglomerados**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
03.07.2019

73 Titular/es:

**ADVANSIX RESINS & CHEMICALS LLC (100.0%)
300 Kimball Drive, Suite 101
Parsippany, NJ 07054, US**

72 Inventor/es:

**KWEEDER, JAMES A.;
SHIRLEY, ARTHUR RAY, JR.;
COCHRAN, KEITH D. y
HOLT, TIMOTHY G.**

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 718 607 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 de elaboración de aglomerados

5 Esta invención se refiere a un método de elaboración de aglomerados. Más particularmente, se refiere a un método de preparar un aglomerado de una mezcla diluible por cizallamiento de un primer componente fundible y un segundo componente utilizando agitación mecánica en un cabezal de aglomerado para adelgazar con cizallamiento la mezcla.

10 La producción de productos fertilizantes mixtos, como el NPK (nitrógeno, fósforo, potasio) se ha logrado al aglomerar productos fertilizantes básicos (potasa, urea, etc.) en equipos de granulación de tambor y cubeta para producir partículas de fertilizante del tamaño deseado y análisis nutricional. Los fertilizantes para césped y aplicaciones especiales todavía se hacen de esta manera, sin embargo, la mayoría de los clientes agrícolas han optado por fertilizantes simples y combinados donde los componentes básicos de NPK simplemente se mezclan entre sí sin ningún intento de unir las partículas. Mientras que los fertilizantes mezclados no tienen partículas homogéneas con un contenido de NPK idéntico, la eliminación de la etapa de elaboración de aglomerado resulta en un costo de fabricación reducido. Sin embargo, la distribución uniforme de una mezcla de fertilizante es más difícil debido a los diferentes tamaños y pesos de las partículas de fertilizante básicas individuales que se utilizan para hacer la mezcla.

20 Los productos fertilizantes mezclados y aglomerados pueden tener otros beneficios además de una distribución más fácil. Los micronutrientes (compuestos de minerales en traza) pueden incorporarse en el fertilizante. Debido a que los micronutrientes se usan en cantidades mínimas (menos del 1%), no es práctico mezclar estos compuestos y lograr una distribución uniforme, ya que el micronutriente finamente molido se segregará en el equipo de distribución. Otra ventaja del fertilizante homogéneo es que las propiedades del producto (como la resistencia a la humedad en el almacenamiento) se pueden controlar mediante la selección de los ingredientes.

25 Sería deseable producir un fertilizante mixto sin el paso adicional de una elaboración de aglomerado separada. La dificultad para lograr este objetivo es que los diferentes fertilizantes básicos tienen procesos de fabricación diferentes y generalmente incompatibles. Muchos fertilizantes (por ejemplo, potasa, sulfato de amonio) se cristalizan en la solución, mientras que otros (nitrato de amonio, urea) se aglomeran de la masa fundida. Los fertilizantes cristalizados no se derriten o tienen temperaturas de fusión elevadas poco prácticas. La cocrystalización de los fertilizantes solo funcionará en los casos en que se forme un compuesto; de lo contrario, el fertilizante menos soluble se cristalizará y el otro componente se rechazará en el licor madre como impureza.

35 Con el fin de evitar un paso de elaboración de aglomerado adicional, se han desarrollado varios enfoques para producir un fertilizante mixto a través de la elaboración de aglomerados. Las ventajas de la elaboración de aglomerados son bien conocidas en la técnica e incluyen: un alto porcentaje del tamaño deseado del producto y, por lo tanto, poco reciclaje, un contenido reducido de humedad que conduce a un secado reducido y una excelente esfericidad. Un enfoque para producir un fertilizante mixto a través de la elaboración de aglomerado es agregar un componente completamente soluble en un fundido de fertilizante, tal como se enseña en las Patentes de EE. UU. No. 3.820.971. Esta patente restringe la adición máxima de metafosfato de potasio a una masa fundida de nitrato de amonio a una cantidad soluble para permitir la elaboración de aglomerado por medios estándar. Otro enfoque para producir un fertilizante mixto a través de elaboración de aglomerados es mezclar un fertilizante generalmente que no se derrite en una masa fundida de fertilizante que puede ser exitosa si la suspensión se hace con una cantidad baja de sólidos finamente molidos, ya que las características de flujo serán casi idénticas a las de una masa fundida de fertilizante puro. Por lo tanto, con tal suspensión de masa fundida se puede elaborar aglomerado con técnicas bien establecidas. Sin embargo, si se desea una mayor cantidad de material que no se derrita, puede resultar difícil que la mezcla resultante fluya a través de los sistemas convencionales de elaboración de aglomerados.

50 Se han tomado diferentes enfoques para resolver este problema de una mezcla espesa que resulta de una alta concentración de un componente que no se derrite en una masa fundida. En algunos sistemas de componentes, hay interacciones químicas limitadas entre los componentes. Las sales dobles, la solubilidad y la depresión del punto de congelación son posibles resultados de interacciones químicas limitadas. Por ejemplo, la patente de EE. UU. 3.785.796 divulga que la solubilidad limitada del sulfato de amonio en un fundido de urea dio lugar a una mezcla inesperadamente fluida con la que se podría elaborar aglomerado con un cabezal estándar de aglomerado de cubeta giratoria, incluso con cargas de sulfato de amonio tan altas como el 70%.

60 Sin embargo, en muchos otros sistemas de componentes hay interacciones químicas que complican el proceso de elaboración de aglomerados. Se han ideado diversos métodos para manejar estas complicaciones al minimizar el tiempo de reacción. El documento GB 1.481.038 enseña un concepto simple de limitar severamente el tiempo de procesamiento (el período entre el momento en que la masa fundida se alimenta en el mezclador hasta el momento en que se descargan las gotas del aparato de elaboración de aglomerados) a 10 segundos o menos para que la mezcla se pueda elaborar aglomerado antes. Se desarrollan efectos perjudiciales. Patente de EE. UU. 3.617.235 enseña el uso de partículas sólidas de mayor tamaño para retardar la reacción antes de la elaboración de aglomerado. Patente de EE. UU. 4.323.386 enseña un método para gestionar la adición de reactivo, retrasando la adición completa de ingredientes hasta justo antes de la preparación, nuevamente para evitar reacciones. Patente de EE. UU. No. 3.856.269 divulga un aparato de mezclado para facilitar la elaboración de aglomerado al proporcionar una mezcla muy

rápida pero adecuada de ingredientes fertilizantes antes de la preparación en una cubeta de hilatura perforada estándar.

Si bien son efectivos en los casos citados, los métodos de tiempo de reacción limitados crean restricciones desventajosas. Estos métodos añaden costos y complicaciones a la operación de elaboración de aglomerados al requerir materias primas con especificaciones limitadas o el costo de ingeniería de algunas partes o la totalidad del sistema de producción para lograr tiempos de residencia muy breves. Otra desventaja del tiempo de reacción reducido es en una situación en la que se crea una propiedad deseable en la reacción de los ingredientes fertilizantes. El beneficio de tal propiedad deseable sería obviado o reducido reduciendo el alcance de la reacción.

Un enfoque diferente para la elaboración de aglomerado de altas concentraciones de un componente en una suspensión fundida consiste en diseñar equipos de elaboración de aglomerado que forzarán el flujo de la suspensión. La patente sueca 70.119 enseña una máquina de tornillo vertical para mezclar la fusión de nitrato de amonio con un sólido de sulfato de amonio. En la parte inferior del tornillo, la presión desarrollada por el tornillo y el cabezal estático se complementa con una inyección detrás de la boquilla de rociado. Este diseño también está destinado a minimizar el tiempo de reacción para evitar la descomposición. El documento DE 2.355.660 enseña un cabezal de elaboración de aglomerado que incorpora un dispositivo mecánico de agitador-propulsor similar a una bomba centrífuga por medio de la cual la suspensión se introduce en el centro y se fuerza a presión a través de los orificios en la circunferencia del disco de aglomerado. De manera desventajosa, la limitación de los orificios de aglomerado a la circunferencia del disco reduce la tasa de producción: a pesar de tener un diámetro de aproximadamente 600 milímetros (mm) (aproximadamente 2 pies), se informa que este cabezal de aglomerado produce solo 10-12 toneladas/hora de producto. En general, estos dispositivos mecánicos implican un costo considerable en la construcción. Además, la naturaleza abrasiva de la suspensión de fertilizante desgastará los espacios cercanos necesarios para un bombeo eficiente, creando un importante gasto de mantenimiento.

La agitación mecánica ya está en uso en la producción de fertilizantes mixtos. Como mínimo, se requiere alguna forma de mezcla para mezclar los ingredientes y mantener los sólidos no disueltos suspendidos. Las patentes anteriores hacen uso o mencionan el uso de la agitación. El documento GB 1.481.038 enseña una agitación vigorosa como una alternativa a su uso del control del tiempo de reacción. Afirma que se requeriría una mezcla de más de seis minutos y cita una resistencia mecánica deficiente y una pérdida de amoníaco como resultados indeseables de este método. El documento DE 2.355.660 ofrece una cámara cilíndrica con cuchillas de agitación como un comparativo. Cuando se operó, esta configuración dio lugar a varios problemas diferentes, entre los que se incluyen: espesamiento, obstrucción de los orificios de aglomerado, producto no uniforme, gran fracción de granos gruesos rechazados y grandes aglomerados ocasionales que no se solidificaron en la torre de aglomerado.

El problema por resolver es proporcionar un método para aglomerar mezclas que puedan desgastarse sin necesidad de equipos nuevos o costosos o pasos adicionales. La invención resuelve este problema mediante la aglomeración de aglomerado en la que la agitación mecánica en el propio cabezal de aglomerado reduce la viscosidad de la mezcla a través del mecanismo de dilución por corte. De la mezcla diluida se puede elaborar aglomerado de sustancialmente la misma manera que los fertilizantes puros (como el nitrato de amonio y la urea). El cabezal de aglomerado modificado puede ser fácilmente instalado en torres existentes de aglomerado. Debido a que la agitación se proporciona en el cabezal de aglomerado, no existen dificultades con el espesamiento de las reacciones químicas y, por lo tanto, no se requiere una reingeniería extensa para limitar severamente el tiempo de residencia. De hecho, se puede emplear fácilmente un tiempo de residencia suficiente en el sistema global para lograr las reacciones químicas deseadas. Dado que el agitador de cabezal de aglomerado solo necesita mezclar y cortar la mezcla de suspensión fundida, y no forzarla a través de los orificios del cabezal de aglomerado, no se requieren espacios estrechos en el cabezal de aglomerado ni la estructura y el motor del agitador del cabezal de aglomerado tienen que dimensionarse para desarrollar presión en el sistema. Como un ejemplo, el sulfato nitrato de amonio (ASN) se ha aglomerado con éxito usando un cabezal de aglomerado de agitación vertical, agitado y usando una taza de aglomerado de cubeta agitada giratoriamente. En la práctica, la velocidad de rotación de 200 rpm (revoluciones por minuto) en un cabezal de aglomerado vertical o la simple incorporación de una cuchilla mezcladora estacionaria dentro de una taza de aglomerado de cubeta rotatoria proporciona una cizalla suficiente para lograr una viscosidad de aglomerable para ASN. La presente invención debería ser igualmente útil en cualquier mezcla que exhiba un comportamiento de dilución por cizallamiento.

La presente invención es un método de elaboración de aglomerado para aglomerar una mezcla diluible por cizallamiento que comprende las etapas de: proporcionar un primer componente fundido, mezclar al menos un segundo componente con el primer componente fundido, hacer reaccionar la mezcla para formar una mezcla diluible por cizallamiento; y la mezcla y elaborar aglomerado de la mezcla diluible por cizallamiento en la que la elaboración de aglomerado comprende agitar mecánicamente en un cabezal de aglomerado para diluir por cizallamiento la mezcla diluible por cizallamiento lo suficiente para permitir la elaboración de aglomerado, en donde dicho primer componente es nitrato de amonio y dicho segundo componente es sulfato de amonio; y en la que la etapa c) se realiza a una temperatura de entre 180°C y 200°C. Este método se puede adaptar fácil y económicamente a las torres de aglomerado existentes. Además, el método permite una adecuada mezcla y reacción de los ingredientes para poder explotar las propiedades beneficiosas resultantes.

Se añade sulfato de amonio a una masa fundida de nitrato de amonio, la mezcla se hace reaccionar para formar la sal doble, sulfato nitrato de amonio, y la suspensión de masa fundida diluible por cizallamiento resultante se aglomera luego en el proceso inventivo. Los aglomerados resultantes tienen excelentes propiedades de resistencia, esfericidad y almacenamiento.

5 En los dibujos:
 La figura 1 muestra una representación esquemática del método inventivo.
 10 La figura 2 muestra el comportamiento de dilución por cizallamiento de una suspensión fundida de una mezcla equimolar de nitrato de amonio y sulfato de amonio.

La figura 3 muestra un diseño de cabezal de aglomerado útil en la práctica de la invención.

15 La figura 4 muestra otro diseño de cabezal de aglomerado útil en la práctica de la invención.

El término "sulfato nitrato de amonio", como se usa en el presente documento, se refiere a una sal doble de sulfato de amonio y nitrato de amonio.

20 El término "elaboración de aglomerados" que se usa en este documento se refiere a la formación de partículas sólidas en una torre abierta a través de la solidificación a medida que las gotas caen de un cabezal de aglomerado. La elaboración de aglomerados se distingue del secado por aspersion por su falta casi completa o completa de solvente volátil. Un cabezal de aglomerado es el aparato en la parte superior de una torre de aglomerado que divide el material fundido en las corrientes de las que se forman los aglomerados.

25 El término "dilución por cizallamiento", como se usa en el presente documento, se refiere a los fenómenos de viscosidad decreciente al aumentar la velocidad de cizallamiento. No todas las mezclas muestran una dilución por cizallamiento y no se puede predecir qué mezclas tendrán y cuáles no tendrán este comportamiento.

30 El término "mezcla diluible por cizallamiento", como se usa en el presente documento, se refiere a un sistema de al menos dos componentes en el que el primer componente es o forma una masa fundida derretida y tiene al menos un segundo componente que produce una mezcla que tiene una alta viscosidad y demuestra un comportamiento de dilución por cizallamiento. Una "mezcla que se puede diluir por cizallamiento" puede incluir una suspensión fundida en la que la mezcla con capacidad de fusión limitada y/o solubilidad limitada contenga partículas sólidas.

35 Como se muestra en el diagrama de flujo de la Figura 1, la invención es un método para elaborar aglomerado de una mezcla que se puede diluir con cizallamiento en la que las etapas son: proporcionar un primer componente 15 fundido, mezclar al menos un segundo componente 17 con el componente fundido, hacer reaccionar los componentes para producir una mezcla 19 que se pueda diluir con cizallamiento, y elaborar aglomerado de la mezcla 21 que se puede diluir por cizallamiento en el que el aparato de cabezal de elaboración de aglomerado incluye agitación mecánica en el cabezal de aglomerado para diluir por cizallamiento la mezcla diluible por cizallamiento. La figura 2 muestra datos reológicos para una suspensión fundida de nitrato de amonio equimolar (AN)/sulfato de amonio (AS). A una frecuencia de corte muy baja, la viscosidad de la mezcla es extremadamente alta. A medida que aumenta la frecuencia de corte, hay una disminución dramática en la viscosidad. El método de la invención adapta el método de elaboración de aglomerados para aprovechar este fenómeno de dilución por cizallamiento y superar los problemas asociados con la elaboración de aglomerados de una solución viscosa utilizando métodos de elaboración de aglomerados conocidos.

40 La clave de la invención es la introducción de la agitación en el cabezal del aglomerado, que introduce una dilución por cizallamiento en la mezcla fundida de alta viscosidad. La agitación de dilución por cizallamiento reduce la viscosidad lo suficiente como para permitir que el flujo a través de los orificios de aglomerado se produzca como resultado de la presión estática debida a la profundidad del líquido en un cabezal de apoyo estacionario, o la fuerza centrífuga desarrollada en un cubo giratorio. El grado de agitación necesario para la dilución por cizallamiento en cualquier realización del cabezal de aglomerado agitado depende de la dilución por cizallamiento del comportamiento de la mezcla que se quiere aglomerar. El grado de agitación se puede determinar fácilmente mediante pruebas empíricas.

55 La agitación en el cabezal de aglomerado se puede introducir de varias maneras. El preferido es un dispositivo de agitación en el cual el agitador barre esencialmente todo el volumen de líquido en el cabezal del aglomerado mediante el agitador. Una realización del cabezal de aglomerado es una cubeta giratoria en el que una cuchilla estacionaria está posicionada para introducir agitación de dilución por cizallamiento. La figura 3 muestra una sección transversal vertical a través del centro de un cabezal 23 de agitación de cubeta giratoria con tapa abierta, que muestra en la parte inferior derecha la superficie de la cubeta giratoria con orificios 25 de aglomerado. La cubeta 23 giratoria está asegurada y conectada a un motor (no mostrado) mediante un eje de transmisión y un mecanismo 27 de soporte. Una cuchilla 29 fija se coloca dentro de la cubeta y se asegura externamente por medio del brazo 31. Una segunda forma de realización del cabezal de aglomerado es un cabezal de aglomerado estacionario en el que el arco de los raspadores y cuchillas giratorias se incorporaron para introducir una agitación de dilución de cizallamiento. La figura 4 muestra una sección

transversal vertical a través del centro de un cabezal 33 de aglomerado estacionario abierto en la tapa superior que tiene una placa 35 de aglomerado con orificios de aglomerado (no mostrados). Dentro del cabezal 33 de aglomerado, hay un elemento 37 giratorio que tiene raspadores 39 y cuchillas 41. Si se desean pequeños aglomerados para aquellos mercados que los prefieren, el uso de orificios de aglomerados más pequeños en la placa 35 de aglomerado requiere que las cuchillas 41 no tengan espacio libre por encima del plano de la placa 35 de aglomerado para limpiar la placa. Una realización de este tipo se define aquí como que tiene "cuchillas de limpieza de superficie".

También se puede usar un cabezal rociador (un conjunto de boquilla presurizada) en el proceso de la invención, siempre y cuando se mantenga la agitación en el cabezal de aglomerado para producir la dilución por cizallamiento necesario. Para desarrollar presión, se puede cerrar la parte superior de una taza vertical abierta con una cubierta y un sello del eje, y permitir que el sistema (bomba, tanque de cabezal, etc.) genere presión dentro del cabezal de aglomerado cerrado y agitado.

En el cabezal para aglomerado agitado, los orificios para aglomerado deben estar separados lo suficiente entre sí para evitar que las corrientes descendentes y/o los aglomerados se toquen entre sí y se unan. Los diámetros de los orificios de aglomerado pueden ser de cualquier tamaño comúnmente practicado en la técnica. Los diámetros de los orificios de aglomerado de 2.0 mm a 4.0 mm son útiles en el proceso de la invención. Se pueden usar diámetros más pequeños de orificio de aglomerado, de menos de 2.0 mm, en un cabezal de aglomerado agitado y se pueden utilizar cuchillas de limpieza de superficie para limpiar la placa del aglomerado.

El cabezal de aglomerado agitado de la invención puede incorporarse fácilmente en cualquier aparato conocido de elaboración de aglomerados. Del mismo modo, el método de la invención se puede usar en cualquier aparato conocido de elaboración de aglomerados en el que el cabezal de aglomerado ha sido modificado apropiadamente para agitación. Se puede usar cualquier método conocido para transportar la mezcla que se puede diluir por cizallamiento fundido al cabezal de aglomerado para la elaboración de aglomerado.

Una vez en el cabezal del aglomerado, no es necesario desarrollar una presión extraordinaria en el cabezal de la aguja agitada para que la mezcla diluida por cizallamiento fluya a través de los orificios del cabezal del aglomerado. Ventajosamente, el método de la invención permite el uso de presión estática para producir flujo a través de los orificios del cabezal del aglomerado, aunque el método y el aparato de la invención no están limitados al uso de la presión estática. La presión estática puede desarrollarse manteniendo una cierta profundidad de líquido en el cabezal de aglomerado en sí o mediante el uso de un tanque de cabezal. La mayoría de los sistemas de agujas contienen un pequeño tanque, el tanque del cabezal, ubicado sobre el cabezal de aglomerado como un acumulador y dispositivo de alimentación al cabezal de aglomerado. El tamaño consistente del aglomerado requiere una procura constante para producir un flujo constante hacia afuera de los orificios del aglomerado. En lugar de tratar de estrangular una bomba para mantener una presión constante, es más fácil bombear el líquido al tanque del cabezal y mantener una profundidad de líquido fijo por encima de la salida del cabezal del aglomerado para crear una presión estática (o "cabezal"). El nivel constante se puede lograr ya sea colocando el tanque de cabezal en el control de nivel (con una línea de drenaje de regreso a la fuente) o proporcionando una línea de desbordamiento fija a la fuente. Se pueden usar mecanismos similares para mantener la profundidad del líquido en el cabezal del aglomerado. El método de la invención, sin embargo, no se limita al flujo en el cabezal del aglomerado debido a la presión estática como resultado de la profundidad del líquido.

El primer componente fundido, es nitrato de amonio. El segundo componente es el sulfato de amonio. El sulfato de amonio útil está disponible comercialmente de Honeywell International Inc., Hopewell, Virginia, EE. UU. Otros materiales se pueden agregar a la mezcla diluible por cizallamiento si se desea, en tanto ellos no afecten adversamente la elaboración de aglomerado. Por ejemplo, los terceros componentes posibles incluyen micronutrientes como sulfato de hierro, sulfato de magnesio, sales de boro y agentes antiapelmazamiento.

En general, el tiempo de mezcla para la mezcla puede ser tan largo o corto como se desee para una mezcla dada, o según sea necesario para desarrollar propiedades beneficiosas. Para la mezcla de nitrato de amonio y sulfato de amonio, es deseable un tiempo de mezclado de aproximadamente 10 a 15 minutos para permitir que se produzca la reacción que produce la doble sal. El tiempo de reacción en parte depende del tamaño del sulfato de amonio. La adición de sulfato de amonio de mayor tamaño requiere un mayor tiempo de mezcla, mientras que la adición de sulfato de amonio de mayor tamaño requiere una menor cantidad de tiempo de mezcla para formar la sal doble. Un sulfato de amonio finamente triturado es ventajoso porque es más fácil de manipular, proporciona un tiempo de reacción más rápido y ofrece un riesgo mínimo de tapar los orificios del aglomerado.

Las restricciones de temperatura en la reacción son dictadas por los componentes utilizados. Es necesario utilizar un rango de temperatura en el que el primer componente se funda sin problemas de descomposición o deflagración. La temperatura mínima para el método de la invención es 180°C (el punto de fusión de ASN) y una temperatura de manipulación razonable máxima segura de aproximadamente 200°C. El precalentamiento del segundo componente antes de la adición al primer componente fundido es útil en mezclas donde el calor de reacción es importante, y generalmente es deseable debido a la transferencia de calor.

En general, la adición de agua a una mezcla para elaborar aglomerado se minimiza para permitir la solidificación de los aglomerados sin la necesidad de eliminar el exceso de disolvente. La adición de agua ayuda a la fusión y suprime el humo del nitrato de amonio. Se prefiere que la adición de agua a la mezcla fundida no sea más de aproximadamente el 2.0 por ciento en peso (% en peso) y es preferiblemente menor o igual a 1.0 % en peso y más preferiblemente menor o igual a 0.5% en peso. La adición de agua desde 2% en peso a 6% en peso es posible, sin embargo, afecta negativamente a la resistencia del aglomerado y requiere que los aglomerados se sequen.

Las limitaciones de la estequiometría en los componentes de la mezcla diluible por cizallamiento se determinan por la química específica de los componentes. En los ejemplos de este documento, para producir la sal doble, sulfato nitrato de amonio, se utiliza una mezcla equimolar de AN y AS. El resultado es un producto en el que hay muy poco nitrato de amonio sin reaccionar y es una mezcla homogénea del exceso de sulfato de amonio sin reaccionar suspendido en sulfato nitrato de amonio. Se pueden usar otras proporciones para producir la sal doble.

Uno de los beneficios del proceso inventivo es que permite un tiempo de reacción suficiente para desarrollar propiedades ventajosas en el producto. Por ejemplo, los aglomerados puros de nitrato de amonio son problemáticos por varias razones: 1) los problemas de almacenamiento se deben a su naturaleza higroscópica: 2) una transición de fase a 32°C puede hacer que los aglomerados se rompan a medida que la temperatura fluctúa ("azucarado"); y 3) es un oxidante. Por el contrario, el uso de nitrato de amonio y sulfato de amonio en el proceso de la invención da como resultado un producto ASN de doble sal que tiene muy poco nitrato de amonio sin reaccionar. Este producto posee muchas propiedades favorables que incluyen: 1) problemas higroscópicos reducidos: 2) no "azucarado": y 3) ASN no es un oxidante.

El producto ASN del proceso inventivo utilizado con AN y AS es valioso como fertilizante por sí mismo. Además, la ASN se puede mezclar con urea para hacer otro fertilizante con una proporción diferente de componentes de fertilizante. Esta es una ventaja de ASN sobre AN pura porque AN forma un material eutéctico cuando se mezcla con urea. Los aglomerados ASN resultantes también tienen suficiente acidez para aglomerarse

Métodos de prueba

La resistencia al aplastamiento de los aglomerados se midió utilizando un Amatek, Inc. Cadete Force Gage para triturar los gránulos. Las resistencias de aplastamiento reportadas son promedios de varios aglomerados.

Los datos de viscosidad frente a la frecuencia de corte se generaron utilizando un disco oscilante con un diámetro de 25 mm y utilizando un espacio de 1.8 mm. La temperatura fue de 180°C y se empleó una amplitud de tensión del 20%.

EJEMPLOS

Ejemplo comparativo A: Elaboración de aglomerado con distribuidor de diente de sierra

Es común que los sistemas sucios y de incrustaciones llenen el material con un distribuidor de dientes de sierra. La naturaleza de la parte superior abierta de este dispositivo es resistente al equipaje que puede resultar de sólidos de gran tamaño en una suspensión fundida, y la limpieza del dispositivo de aglomerado de diente de sierra se realiza fácilmente. Se intentó elaborar aglomerado con una suspensión de fundido de sulfato nitrato de amonio mediante un dispositivo diseñado para simular un distribuidor de dientes de sierra. La suspensión de fundido de ASN se preparó utilizando 332.3 gramos (g) de AS, 159.7 g de AN y 8.0 g de agua. Luego, la suspensión fundida se transfirió manualmente a un contenedor de acero inoxidable de 8.89 cm (3.5 pulgadas de diámetro) 15.2 cm (6 pulgadas) de alto que tiene un espigo de muesca equipado con una varilla (0.32 cm de diámetro y 6.99 cm de longitud; 1/8 de pulgada de diámetro y 2.75 pulgadas de longitud) para suavizar y organizar el flujo con el fin de producir una corriente. Luego se volcó el recipiente para inducir el flujo fuera de la muesca y hacia abajo de la varilla. Sin embargo, debido a la alta viscosidad, la suspensión fundida de ASN no fluía suavemente hacia abajo de la varilla para formar una corriente. Más bien, la ASN salió del contenedor en grandes terrones cohesivos. Por lo tanto, no se pudieron obtener aglomerados utilizando un distribuidor de dientes de sierra, ya que la alta viscosidad de la suspensión fundida impidió un flujo suave.

Ejemplo comparativo B: Elaboración de aglomerado con rociador presurizado

Para probar la posibilidad de elaborar aglomerado se preparó la suspensión fundida ASN altamente viscosa utilizando un cabezal rociador presurizado, una cámara de 6.67 cm (2 5/8 de pulgada) de diámetro, 26.7 cm (10.5 pulgadas) de largo con una placa extraíble en un extremo y una conexión de manguera para aire comprimido en el extremo opuesto. La suspensión de fundido de ASN se preparó a partir de 407.6 g de AS, 188.6 g de AN y 3.8 g de agua. El cabezal de pulverización presurizado se precalentó a 190°C. La suspensión fundida se cargó en el dispositivo, la manguera de aire se conectó y se presurizó para provocar el flujo a través de la placa de aglomerado. La placa de aglomerado tenía cuatro orificios de aglomerado de 2.0 mm de diámetro. Luego se presurizó el cabezal rociador a 0.14 MPa (20 psig; libras por pulgada cuadrada) con aire, y se observó flujo fuera de los orificios. Sin embargo, a esta presión relativamente alta, el flujo tendió a rociar los orificios, lo que dio como resultado aglomerados de pobre tamaño y una resistencia al aplastamiento inaceptablemente baja de 0.63 Kg-fuerza (1.38 libras de fuerza; lb-f).

Los intentos de elaborar aglomerado utilizando placas de aglomerado con tamaños de orificios más pequeños en el cabezal de rociado presurizado (diámetro del orificio de 1.0 mm y 1.5 mm) y con una presión más alta (hasta 0.83 MPa; 120 psig) tampoco tuvieron éxito. Los resultados fueron uniformemente inaceptables.

5

Ejemplo inventivo uno: Elaboración de aglomerado con cubeta giratoria con una cuchilla fija

Se prepararon seiscientos gramos de ASN fundiendo 228 g de nitrato de amonio y agregando 372 g de sulfato de amonio finamente molido calentado a aproximadamente 190°C (relación molar 1:1). Se usó sulfato de amonio de AlliedSignal Inc. No se añadió agua a la mezcla. La mezcla resultante se mezcló con calentamiento hasta que se alcanzó una temperatura de 207°C y la suspensión fundida se mezcló completamente y fue fluida. Luego, la suspensión fundida se vertió manualmente en un cabezal de aglomerado de cubeta giratoria, de 3.5 pulgadas (89 mm) de diámetro por 6.0 pulgadas (152 mm) de altura, equipado con cuatro orificios de aglomerado de 2.5 mm de diámetro. Luego, la cubeta giró alrededor de su eje central a una velocidad nominal de 500 rpm y se insertó una cuchilla agitadora estacionaria en la masa fundida en el cabezal del aglomerado (como se ilustra en la Figura 3). Después de unos pocos segundos de rotación, una corriente de suspensión fundida fluyó desde los orificios debido a la fuerza centrífuga, y se formaron aglomerados. Los aglomerados cayeron unos 35 pies verticales y se recogieron para su análisis. Se recolectó una buena cantidad de aglomerados bien formados con un bajo contenido de humedad de aproximadamente 0.05% en peso y una resistencia al aplastamiento promedio de 3.46 kg-f (7.62 lb-f).

20

Ejemplo inventivo dos: Elaboración de aglomerado vertical con cabezal de aglomerado estacionario que tiene cuchillas y raspadores giratorios

Se prepararon ochenta libras (36.3 kilogramos) de sulfato nitrato de amonio fundiendo 30.4 libras (13.8 kilogramos) de nitrato de amonio y mezclando en 49.6 libras (22.5 kilogramos) de sulfato de amonio calentado finamente molido (Tyler -40). El AS se calentó utilizando un calentador de lecho fluidizado, ajustado a 150°C. Se usó sulfato de amonio de AlliedSignal Inc. Se agregó una pequeña cantidad de agua (1.1 libras; 500 gramos) para ayudar a suprimir el humo. La suspensión fundida se mezcló y se hizo reaccionar durante varios minutos y se calentó a 181°C. Un cabezal vertical abierto superior (como se muestra en la Figura 4) de 6 pulgadas (152 mm) de diámetro interior y 16.5 pulgadas (419 mm) de profundidad del líquido estaba equipado con orificios de la placa de aglomerado a menudo de 2.5 mm de diámetro. El cabezal de aglomerado era un recipiente con camisa y tenía cuchillas giratorias para producir agitación. El agitador del cabezal del aglomerado se llevó a una velocidad de rotación de 200 rpm y la suspensión fundida de ASN se bombeó desde el reactor directamente a la abertura superior de la copa del aglomerado. La suspensión de fusión luego fluyó bajo su propia presión estática a través de todos los diez orificios de aglomerado a una velocidad combinada de 354 libras por hora (167 kilogramos por hora). Se observaron diez corrientes suaves y bien formadas de suspensión de masa fundida.

35

Ejemplo comparativo C: Elaboración de aglomerados usando orificios de aglomerado más pequeños

Una copa de aglomerado de 4 pulgadas de diámetro del tipo ilustrado en la Figura 4 estaba equipado con dos orificios de aglomerado de 1.5 mm de diámetro y las cuchillas del agitador estaban situadas de tal manera que había un pequeño espacio por encima del interior de la placa de aglomerado. Se calentaron 600 g de AS, molido a un tamaño Tyler -48 a 190°C y se mezclaron con 167.7 g de AN fundida. La mezcla se dejó reaccionar durante 30 minutos y luego se transfirió a la taza del aglomerado, que se precalentó a 200°C. Con el agitador funcionando a 600 rpm, se cerró la taza de aglomerado y se aplicó presión con nitrógeno para intentar inducir el flujo hacia afuera de los orificios. Sin embargo, no se pudo lograr un flujo, incluso a presiones de hasta 0.34 MPa (50 psi).

45

Ejemplo inventivo tres: Elaboración de aglomerado utilizando orificios de aglomerado más pequeños y un agitador de placa limpiadora

Usando la misma copa de aglomerado que se usó en el Ejemplo comparativo C, el agitador se reajustó para proporcionar un espacio libre cero entre las cuchillas inferiores y el plano interior de la placa. El ASN se preparó como en el Ejemplo comparativo C y se transfirió a la taza de aglomerado modificada. Con la placa del aglomerado, la suspensión de fusión ASN fluyó por los orificios de la grieta bajo su propia presión estática (aproximadamente 5 en la profundidad del líquido), formando corrientes suaves. Se encontró que la aplicación de presión de nitrógeno hasta aproximadamente 13.8 KPa (2 psi) aumentaba el caudal. A presiones superiores a 13.8 KPa (2 psi), las corrientes dejan de fluir suavemente y comenzó la atomización, dando como resultado partículas mucho más pequeñas e irregulares.

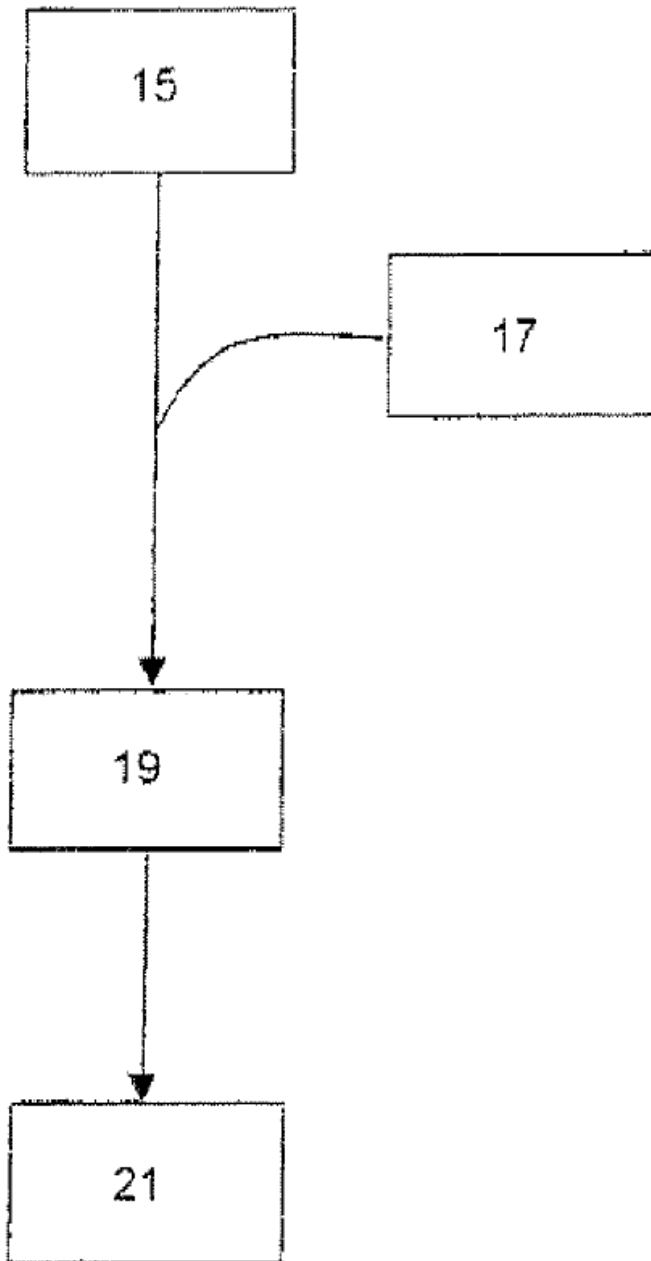
55

60

REIVINDICACIONES

1. Un método para elaboración de aglomerados para aglomerar una mezcla que se puede diluir por cizallamiento y que comprende los pasos de:
- 5 a) proporcionar un primer componente fundido;
- b) mezclar al menos un segundo componente con dicho primer componente fundido;
- 10 c) hacer reaccionar dichos componentes para formar una mezcla que se puede diluir con cizallamiento; y
- d) elaborar aglomerado de dicha mezcla diluible por cizallamiento, en la que dicho elaboración de aglomerado comprende agitar mecánicamente en un cabezal de aglomerado para diluir con cizallamiento dicha mezcla diluible por cizallamiento lo suficiente para permitir la elaboración de aglomerado,
- 15 en donde dicho primer componente es nitrato de amonio y dicho segundo componente es sulfato de amonio; y
- en el que la etapa c) se realiza a una temperatura de entre 180°C y 200°C.
- 20 2. El método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que dicha mezcla diluible por cizallamiento es una suspensión fundida.
3. El método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que dicha mezcla diluible por cizallamiento comprende no más de 2.0 por ciento en peso de agua, preferiblemente menor o igual a 1.0 por ciento en peso de agua y más preferiblemente menor o igual a 0.5 por ciento en peso de agua.
- 25 4. El método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que dicha mezcla diluible por cizallamiento comprende además micronutrientes.
- 30 5. El método de acuerdo con la reivindicación 4, en el que dichos micronutrientes se seleccionan entre sulfato de hierro, sulfato de magnesio, sales de boro y agentes antiaglomerantes.
6. El método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que dicho cabezal de aglomerado es uno de una cubeta giratoria con una cuchilla estacionaria, una cubeta estacionaria con raspadores y cuchillas de remo, y un conjunto de boquilla presurizada y agitada.
- 35 7. El método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la etapa de mezcla b) tiene lugar durante 10 a 15 minutos.
8. El método de la reivindicación 1, en el que el nitrato de amonio y el sulfato de amonio están presentes en cantidades equimolares.
- 40 9. El método de la reivindicación 1, en el que el cabezal de aglomerado tiene diámetros de orificio de 2.0 mm a 4.0 mm.
- 45 10. El método de la reivindicación 1, en el que el cabezal de aglomerado tiene diámetros de orificio de aglomerado de menos de 2.0 mm.

FIGURA 1



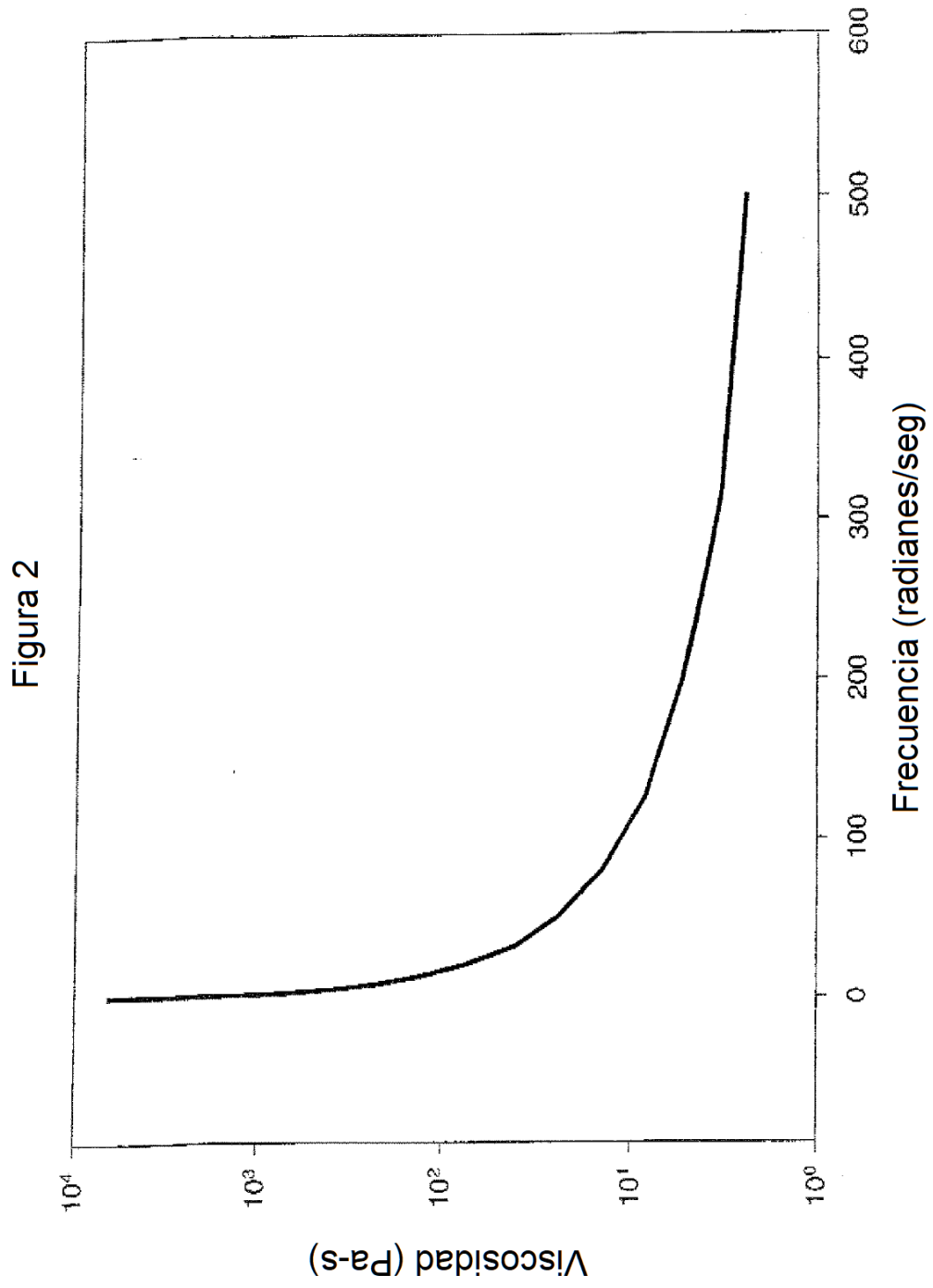


Figura 3

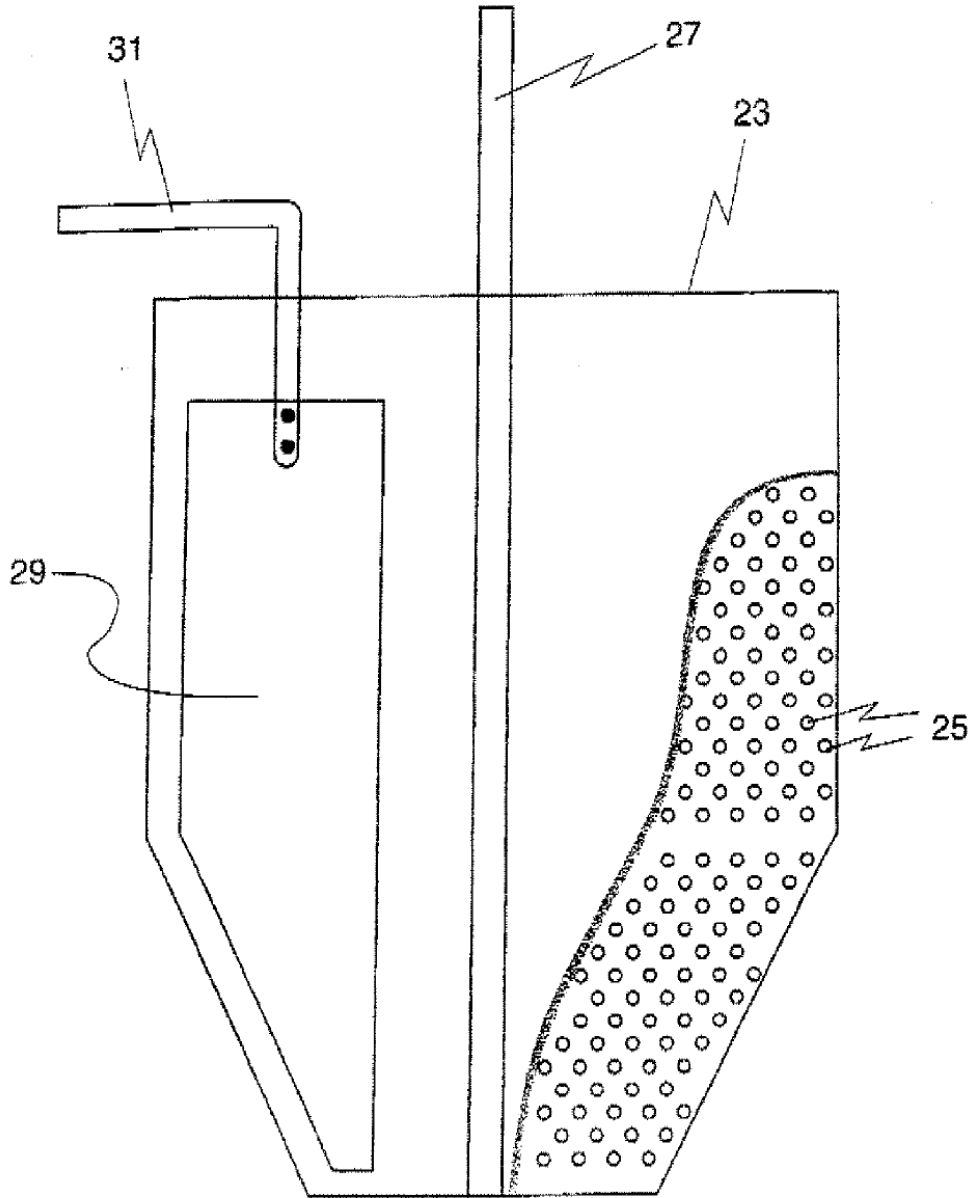


Figura 4

