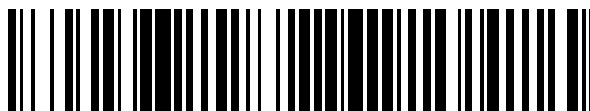


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 768 238**

51 Int. Cl.:

C05C 13/00 (2006.01)

C05C 1/02 (2006.01)

C05C 3/00 (2006.01)

B01J 2/20 (2006.01)

B01J 2/26 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **30.03.2010** **PCT/US2010/029136**

87 Fecha y número de publicación internacional: **14.10.2010** **WO10117751**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **30.03.2010** **E 10762164 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **06.11.2019** **EP 2414307**

54 Título: **Formación de pastillas de nitrato de sulfato de amonio**

30 Prioridad:

31.03.2009 US 415312

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
22.06.2020

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

SMITH, MICHAEL R.

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 768 238 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

Formación de pastillas de nitrato de sulfato de amonio

5 Campo de la invención

Esta invención se relaciona con un proceso para la producción de partículas de fertilizante de tamaño uniforme de acuerdo con la reivindicación 1. Más particularmente, se dirige a la producción de un material sólido utilizado para fertilizante a partir de una mezcla de un sólido y un líquido.

10

Antecedentes de la invención

La producción de productos fertilizantes mixtos se ha realizado mezclando y/o haciendo reaccionar los componentes fertilizantes individuales y formando los componentes/productos en partículas del intervalo de tamaño deseado. Las partículas pueden comprender un intervalo de tamaños, que representan un producto menos preferido, y se criban, separando y recogiendo el material de tamaño anormal para su reprocesamiento o para ser vendido como un producto menos valioso. Los fertilizantes mezclados también son comunes cuando los componentes del fertilizante se mezclan, pero no se forman en partículas que contienen todos los componentes o nutrientes. Esto conduce a partículas no homogéneas con diferente contenido de componentes, en particular la cantidad de nitrógeno puede variar a lo largo de la mezcla. La no uniformidad conduce a una no uniformidad en la propagación, las tasas de tiempo de liberación y la efectividad de los nutrientes.

15

20

25

30

El documento US2004/015935 divulga una máquina de formación de pastillas que tiene un sistema de distribución mejorado para usar en la formación de pastillas de fertilizante. El documento US2002/0095966 divulga materiales compuestos de nitrato de sulfato de amonio que son útiles como fertilizantes. El documento US 5,772,721 divulga un producto fertilizante esterilizador y sustancialmente inodoro en forma de pellas. El documento EP1 595 860 A2 divulga un fertilizante granulado de nitrato-sulfato de amonio. El documento EP 1 897 610 A1 divulga un método de perlado para usar en el perlado de un producto fertilizante que contiene nitrato de sulfato de amonio. El documento US 5,401,938 divulga un formador de gotas que comprende un cuerpo de acero giratorio exterior que tiene aberturas separadas circunferencialmente que alcanzan sucesivamente una posición de descarga inferior para permitir que el material viscoso caiga sobre un transportador de enfriamiento desde el interior del cuerpo exterior.

35

Los fertilizantes que se han formado en pellas o gránulos que contienen mezclas de nutrientes también pueden incluir compuestos traza que se agregan para mejorar el fertilizante para un uso particular. Además, los fertilizantes que se forman en partículas uniformes pueden tener más control sobre la liberación de nutrientes en el suelo sobre el cual se distribuyen los fertilizantes. Las tasas de liberación de nutrientes y el control de la composición pueden reducir la pérdida de nutrientes antes de que las plantas tengan la capacidad de absorberlos.

40

El perlado es un método de producción de pequeños gránulos esféricos, en el que el material fundido se pasa a través de un aparato llamado cabezal de perlado que genera corrientes de gotas de líquido. Las gotas tienen poca o ninguna materia volátil y no contienen solventes que van a ser eliminados. Las gotas se enfrían con una corriente continua de gas refrigerante, típicamente aire para solidificar las gotas. La granulación es otro método, mediante el cual el material fundido se descarga a través de boquillas de atomización para crear partículas del fertilizante que se mezclan y aglomeran en un tambor giratorio.

45

Sin embargo, los métodos de perlado y granulación tienen inconvenientes. En la granulación, las partículas producidas carecen de uniformidad (tamaño y forma), y generalmente requieren reprocesamiento de una fracción significativa de material fuera de especificación, lo que aumenta el gasto por la necesidad de equipos de reprocesamiento (cribas, molinos, transportadores) y equipos de captura de partículas de polvo y submicrométricas. En el perlado, las partículas producidas tienen una mejor uniformidad de tamaño y forma que con la granulación, pero se deben tratar grandes cantidades de aire para capturar partículas submicrométricas antes de ventilar a la atmósfera.

50

Breve resumen de la invención

55

Se presenta un proceso para la producción de nitrato de sulfato de amonio. El proceso comprende formar una masa fundida en pasta haciendo reaccionar nitrato de amonio y un exceso de sulfato de amonio para formar una masa fundida en pasta que comprende nitrato de sulfato de amonio. La masa fundida en pasta se mezcla continuamente para mantenerla en un estado reducido por cizallamiento y para mantener los sólidos suspendidos en la masa fundida en pasta. La masa fundida en pasta se pasa a un estator calentado, donde la masa fundida en pasta se mezcla continuamente a medida que la masa fundida en pasta pasa a través del estator calentado. Una porción de la masa fundida en pasta se pasa a través de un canal en el estator calentado, y la masa fundida en pasta se extruye a través de una rejilla que se desliza sobre el canal. La masa fundida en pasta se extruye como gotas desde la rejilla móvil donde las gotas caen a una correa móvil enfriada. Las gotas se enfrían para formar partículas sólidas uniformes en el intervalo de 1 a 3 mm de diámetro. Las gotas para partículas semielipsoidales sólidas en el intervalo preferido de 2 a 3 mm de diámetro se recogen de la correa móvil.

60

65

Otros objetos, ventajas y aplicaciones de la presente invención serán evidentes para los expertos en la técnica a partir de la siguiente descripción detallada y los dibujos.

Breve descripción de los dibujos

La Figura 1 es un diagrama del proceso; y

La Figura 2 es un diagrama de un dispositivo de formación de pastillas rotativo modificado.

Descripción detallada de la invención

Los componentes básicos para muchos fertilizantes incluyen una fuente de nitrógeno, y generalmente incluyen una fuente de azufre. El nitrato de sulfato de amonio es común en la industria y generalmente se refiere a una mezcla de sales dobles de sulfato de amonio con nitrato de amonio e incluye pequeñas cantidades de sales individuales. Un producto de nitrato de sulfato de amonio es un producto sólido conocido como nitrato de sulfato de amonio de fusión (FASN). FASN aborda muchas de las preocupaciones del mercado de fertilizantes para la producción de fertilizantes sólidos en partículas, tal como nitrato de amonio, nitrato de urea y amonio y nitrato de amonio y calcio. Un objetivo es la producción de partículas de tamaño uniforme de manera que no sea necesario un procesamiento adicional, como cribado, molienda, refundición, engrosamiento o aglomeración adicional. Cuando se hace referencia a las partículas como uniformes, las partículas tienen una forma semielipsoidal generalmente uniforme, con un lado aplanado y un intervalo de tamaño o diámetro estrecho de las partículas.

El nitrato de sulfato de amonio es un fertilizante deseable porque tiene propiedades mejoradas de estabilidad y seguridad contra la detonación sobre otros compuestos de nitrato de amonio. Si bien el nitrato de sulfato de amonio (ASN) es un compuesto conocido, el proceso presentado aquí es para la producción de la formulación patentada de Honeywell, que se encuentra en la Patente de los Estados Unidos Núm. 6,689,181, y en adelante, el uso de ASN o nitrato de sulfato de amonio de fusión (FASN) se refiere a esta formulación. Además, el sulfato de nitrato de amonio tiene una resistencia superior a la humedad, para ralentizar el suministro de nutrientes a las plantas y limita las pérdidas debidas a la lluvia.

La presente invención es para producir una partícula de tamaño sustancialmente uniforme para FASN, en el intervalo de tamaño requerido por sus usuarios. FASN comprende una mezcla uniforme de sales dobles de nitrato de sulfato de amonio (ASN) y sulfato de amonio sin reaccionar (AS) con una pequeña cantidad de nitrato de amonio (AN) sin reaccionar. El producto deseado es uno que es predominantemente la sal doble que tiene una relación 2:1 de nitrato de amonio a sulfato de amonio, o $(AN)_2AS$. Se forma una pequeña cantidad de la sal doble de relación 3:1, o $(AN)_3AS$. El proceso utiliza un exceso de sulfato de amonio que favorece la producción de la sal doble 2:1 sobre la sal doble 3:1. Los intervalos deseados para la composición de FASN, en base seca, se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1

	Intervalo en % en peso
AS	30-32
$(AN)_2AS$	64-66
$(AN)_3AS$	3-4
AN	0-1
FASN	100

La formación de FASN usando métodos tradicionales implica una considerable incertidumbre con respecto al rendimiento del equipo, la idoneidad, el rendimiento en la corriente, la calidad del producto, las emisiones y el coste de capital y operativo. El material de partida para FASN es una masa fundida en pasta y tiene una propiedad de adelgazamiento por cizallamiento. La masa fundida, que se forma en un reactor, comprende un nitrato de sulfato de amonio fundido en una cantidad entre 60 y 70% en peso y sulfato de amonio no disuelto finamente molido en una cantidad entre 30 y 40% en peso. La masa fundida en pasta debe mantenerse en movimiento, o bajo condiciones de cizallamiento para evitar que la viscosidad aumente y para evitar la separación de los sólidos. Una viscosidad creciente, o un engrosamiento de la masa fundida, y/o una separación de los sólidos pueden conducir al taponamiento de las líneas y el equipo. Esto puede conducir a una no uniformidad en el tamaño de las partículas FASN.

Un método de producción de FASN es el perlado, donde la masa fundida en pasta debe elevarse a, típicamente, entre 150 y 250 pies por encima del grado para que las partículas se enfríen y solidifiquen suficientemente. El control sobre el tamaño de las partículas, incluyendo la coalescencia de varias partículas durante el enfriamiento, y la

producción de partículas de tamaño submicrométrico requiere el cribado, el reciclaje y la refundición de una porción del FASN.

De manera similar con la granulación de FASN, que se realiza típicamente en un dispositivo de tambor giratorio, hay una producción de partículas de tamaño submicrométrico, así como un intervalo más amplio de tamaños de partículas. En las renovaciones de una instalación de producción de fertilizantes sólidos existente, ambos métodos requerirán el reemplazo o la modificación de los equipos existentes y tendrán un reciclado significativo de sólidos que no cumplan con las especificaciones.

La presente invención proporciona el uso de activos corriente abajo existentes, con pocas o ninguna modificación, y proporciona una formación de partículas sólidas de baja intensidad para producir un producto de tamaño y forma altamente uniforme. El proceso usa la formación de pastillas para formar partículas semielipsoidales sustancialmente uniformes mediante la solidificación de una masa fundida líquida en una superficie de enfriamiento. Existen varios fabricantes comerciales de equipos de formación de pastillas, sin embargo, el proceso debe modificarse para producir un producto FASN uniforme. El proceso, como se muestra en la Figura 1, comprende formar una masa fundida en pasta de nitrato de sulfato de amonio y sulfato de amonio en un reactor 10. La masa fundida en pasta se pasa a un estator 20 calentado, donde la masa fundida en pasta se agita continuamente y se extruye en forma de gotas sobre una correa 30 móvil que se enfría para formar partículas semielipsoidales sólidas en el intervalo de 1 a 3 mm. Preferiblemente, las gotas se formarán en partículas en el intervalo de 2 a 3 mm, y más preferiblemente para tener un diámetro nominal de 2.5 mm necesario para cumplir con un número de guía de tamaño (SGN) de 220 a 280. El intervalo de tamaño más estrecho preferido es producto altamente uniforme. La masa fundida en pasta, como se muestra en la Figura 2, se pasa a través de un canal 22 en el estator 20 y se extruye a través de una rejilla 24 móvil que se desliza sobre el canal 22. El canal 22 es parte de un pasaje 26 cilíndrico más grande a través del cual la masa fundida en pasta se transporta. La masa fundida en pasta se agita continuamente para prevenir un aumento de la viscosidad.

El estator 20 calentado se compone de un pasaje 26 cilíndrico hueco, parcialmente cerrado dentro del estator 20 calentado, donde el pasaje 26 cilíndrico se extiende a lo largo del estator 20. El medio de calentamiento puede ser cualquier fluido adecuado, tal como fluido calentado por agua, vapor, transferencia de calor u otro fluido de proceso compatible. La masa fundida en pasta entra por debajo de una presión pequeña, inferior a 0.8 MPa, pero controlada, que es suficiente para hacer pasar la masa fundida en pasta a través del estator 20 calentado. El flujo se mantiene a un nivel suficiente para mantener la suspensión de sólidos y mantener la masa fundida en pasta en movimiento libre. Una porción de la masa fundida en pasta se pasa del estator 20 y se devuelve al reactor 10. La masa fundida en pasta pasa del pasaje 26 cilíndrico a un canal 22 ubicado en la parte inferior del estator 20. Un tambor 40 cilíndrico perforado gira alrededor del estator 20 calentado. Los orificios 42 en el tambor 40 pasan a través del fondo del canal 22 donde se extruye la masa fundida en pasta. La masa fundida en pasta extrudida cae como gotas sobre una correa 30 de movimiento que se enfría, y la masa fundida en pasta enfriada se solidifica para formar las partículas del producto, también conocidas como pastillas del diámetro deseado. Los agujeros están suficientemente espaciados para prevenir que las gotas vecinas se aglomeren con otras gotas en la correa 30 de enfriamiento, y los agujeros 42 tienen un tamaño lo suficientemente grande como para permitir libremente el paso de partículas sólidas de 300 micrómetros o menos en la dimensión máxima de partículas.

El conjunto de estator 20 y tambor 40 giratorio estará orientado horizontalmente por encima y perpendicular a la dirección de movimiento de la correa 30 de enfriamiento, con el estator 20 y el tambor 40 abarcando el ancho de la correa 30 de movimiento. El conjunto de estator 20 y tambor 40 giratorio está ubicado en el extremo de entrada de la sección enfriada de la correa 30 de una manera típica para tales enfriadores de correa.

En el interior del pasaje 26 cilíndrico se proporciona un sistema de agitación para agitar continuamente la masa fundida en pasta y mantener la masa fundida en pasta en un estado uniformemente consistente a lo largo del paso 26. Esta agitación es para prevenir que la masa fundida se espese y para prevenir que los sólidos se sedimenten a medida que la masa fundida fluye a lo largo del pasaje 26 y sale del canal 22. En una realización, el sistema de agitación comprende un sistema 44 de paleta, alineado axialmente, giratorio, de múltiples cuchillas, que limpia la pared. El sistema 44 de paleta gira a baja velocidad de entre aproximadamente 200 rpm y 600 rpm, y preferiblemente entre 200 rpm y 400 rpm o aproximadamente a 300 rpm.

La pasta fundida en pasta comprende nitrato de sulfato de amonio líquido en una cantidad entre 60 y 80% en peso con una cantidad preferida entre 60 y 70% en peso. La masa fundida en pasta también incluye sulfato de amonio sólido en una cantidad entre 40 y 20% en peso con una cantidad preferida entre 30 y 20% en peso. El sulfato de amonio sólido se tritura finamente y se prefiere que cuando la masa fundida en pasta salga del reactor 10, las partículas sólidas tengan menos de 300 micrómetros en la dimensión máxima. Las partículas sólidas reaccionan parcialmente y se disuelven parcialmente en la masa fundida en pasta. La masa fundida en pasta se agita en el reactor 10 para crear y mantener la suspensión de sólidos en la masa fundida.

El proceso implica un control significativo de la temperatura sobre todo el proceso, incluyendo el reactor 10 agitado y el estator 20 calentado, para mantener la masa fundida en pasta a una temperatura entre 180°C y 200°C. Preferiblemente, el proceso se controla para calentar el reactor 10 y el estator 20 calentado a una temperatura entre

185°C y 190°C. El proceso se controla para prevenir que la temperatura caiga por debajo de 178°C, donde la masa fundida en pasta puede comenzar a solidificarse, y para prevenir que la temperatura exceda los 210°C, donde el nitrato de amonio comienza a descomponerse.

- 5 El proceso se controla además para mantener cualquier presión en el sistema por debajo de 1.14 MPa (150 psig), y preferiblemente para mantener cualquier presión en el sistema por debajo de 0.8 MPa (100 psig). Esto incluye operar el reactor en o cerca de la presión atmosférica, y mantener la presión en la tubería y el estator calentado a bajas presiones de operación, típicamente menos de 0.8 MPa, y preferiblemente a presiones inferiores a 0.2 MPa. El mantenimiento de la masa fundida en pasta en estado de calentamiento y batido o agitación para mantener una viscosidad más baja contribuye a operar a presiones más bajas.

10 Aunque, en una realización, la agitación es proporcionada por un sistema de paleta de limpieza de pared de múltiples cuchillas, la invención está destinada a cubrir otros sistemas de agitación. Un ejemplo es un sistema de tipo barrena que mezcla y mueve la masa fundida en pasta a través del pasaje 26 cilíndrico en el estator 20 calentado.

15 Para mantener gotas uniformes a través de los orificios 42 de rejilla en movimiento, se prefiere que los orificios 42 en el tambor 40 móvil se mantengan libres de acumulación de material solidificado o sólidos aglomerados. Esto incluye la eliminación del material fundido en pasta residual que podría adherirse a los orificios 42 o al tambor 40 cerca de los orificios 42. En una realización, el proceso comprende además pasar un fluido caliente, tal como agua caliente o vapor a través de los orificios 42 de rejilla móviles después de que la masa fundida en pasta haya caído del tambor 40 móvil a la correa 30 de movimiento. El aparato puede incluir un canal 50 adicional a través del estator 20 calentado. El canal 50 adicional se extiende una longitud al menos tan larga como el tramo del tambor 40 móvil. En una consideración práctica, el canal 50 adicional extiende toda la longitud del estator 20.

20 Se puede incluir un sistema de recolección que rodea el estator 20 y el tambor 40 móvil para recuperar cualquier material residual expulsado de los orificios 42 de rejilla. El sistema de recolección se puede incorporar a la cubierta 60 calentada circundante, y diseñado para evitar cualquier material residual de caer a la correa 30 de movimiento. El sistema puede incluir un raspador 52 para raspar mecánicamente el material alrededor de los bordes de los orificios 42. El dispositivo 52 raspador cargado con resorte abarca toda la longitud del tambor 40 giratorio. El posicionamiento del raspador 52 puede estar en diferentes ubicaciones alrededor del tambor. Una ubicación es después de soplar material residual, y una ubicación alternativa es en un punto justo antes de la alineación de los agujeros 42 del tambor con el canal 22 del estator 20. Se prefiere que el raspador 52 esté hecho de un material más blando que el tambor para minimizar el desgaste del tambor 40 giratorio.

35 El sistema también puede incluir un segundo sistema 54 de correa móvil para recoger y eliminar material residual del entorno dentro de la cubierta 60 calentada. Un sistema alternativo puede incluir un canal inclinado y calentado para recoger el material como un líquido y canalizar el material a un sumidero calentado para volver al reactor 10 para su reutilización.

40

REIVINDICACIONES

1. Un proceso de formación de pastillas para la producción de nitrato de sulfato de amonio, que comprende:
 - 5 formar una masa fundida en pasta que comprende nitrato de sulfato de amonio y sulfato de amonio en un reactor; pasar la masa fundida en pasta a un estator calentado; agitar continuamente la pasta fundida en masa en el estator calentado con una paleta giratoria de múltiples palas;10 pasar una porción de la masa fundida en pasta a través de un canal; extrudir la porción de la masa fundida en pasta a través de una rejilla móvil que se desliza sobre el canal, y en la que la rejilla móvil comprende agujeros dimensionados para formar gotas; y15 enfriar las gotas que se extienden para formar partículas sólidas uniformes en el intervalo de 1 a 3 mm de diámetro.
 2. El proceso de la reivindicación 1, en el que las gotas se forman en partículas sólidas uniformes en el intervalo de 2 a 3 mm de diámetro.
 - 20 3. El proceso de la reivindicación 1, en el que la masa fundida en pasta comprende nitrato de sulfato de amonio líquido entre 60 y 80% en peso y sulfato de amonio sólido entre 40 y 20% en peso.
 4. El proceso de la reivindicación 1, en el que el sulfato de amonio sólido comprende partículas sólidas de menos de25 300 micrómetros en la dimensión máxima.
 5. El proceso de la reivindicación 1, en el que la formación de la masa fundida en pasta comprende:
 - 30 mezclar sulfato de amonio y nitrato de amonio en un reactor para formar una mezcla; calentar la mezcla a una temperatura suficiente para fundir el sulfato de amonio; y agitar la mezcla.
 - 35 6. El proceso de la reivindicación 5, en el que la mezcla se agita para mantener el líquido bajo una condición de reducción por cizallamiento.
 7. El proceso de la reivindicación 1, que comprende además pasar una porción de la masa fundida en pasta desde el estator al reactor.
 - 40 8. El proceso de la reivindicación 1, en el que el reactor se calienta a una temperatura entre 180°C y 200°C.
 9. El proceso de la reivindicación 1, en el que el reactor funciona a una presión por debajo de 1.14 MPa (150 psig).
 - 45 10. El proceso de la reivindicación 9, en el que el reactor funciona a una presión inferior a 0.8 MPa (100 psig).
 11. El proceso de la reivindicación 1, en el que el reactor y el estator calentado se calientan a una temperatura entre 185°C y 190°C.
 - 50 12. El proceso de la reivindicación 1, en el que las gotas caen a una correa móvil enfriada.

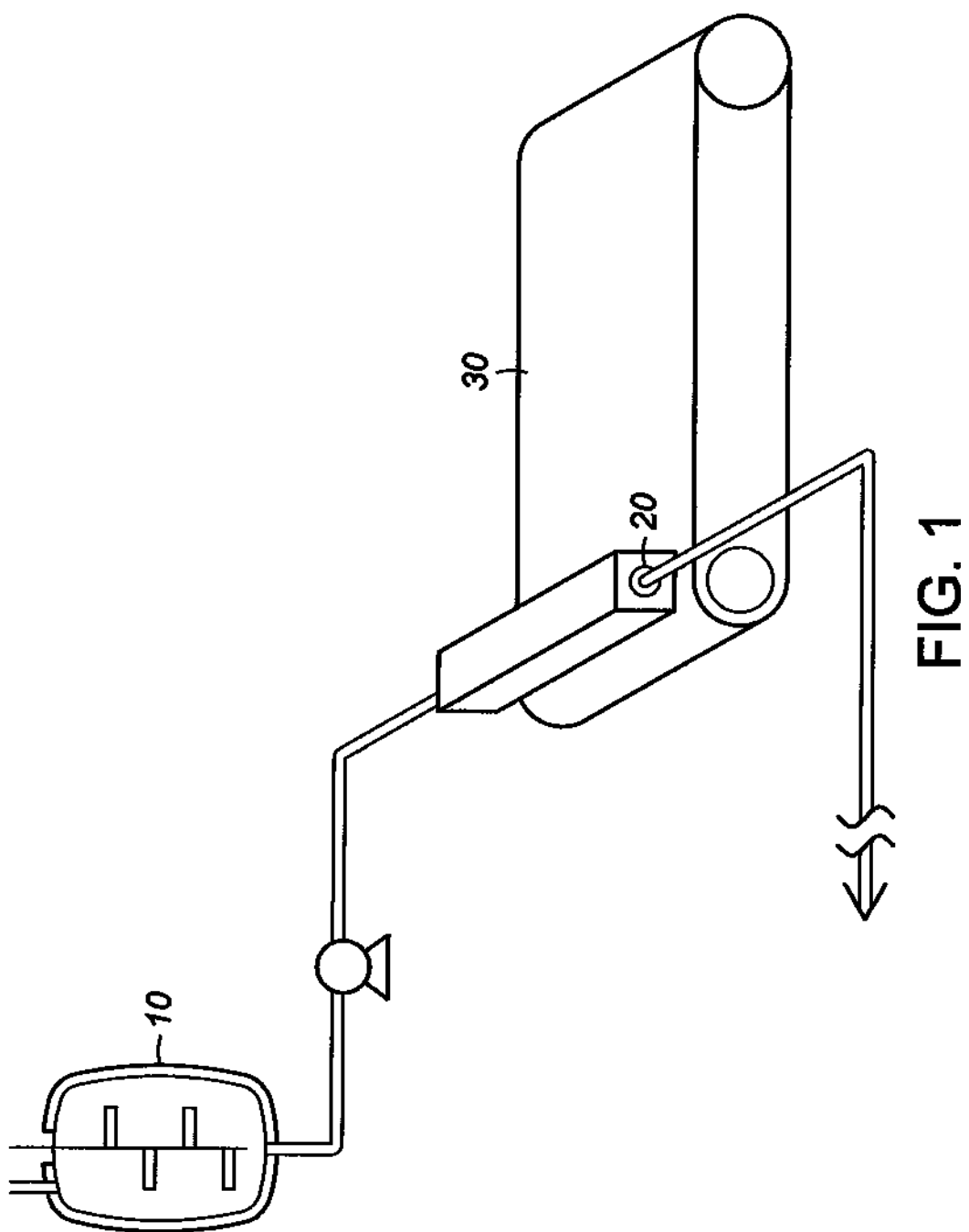


FIG. 1

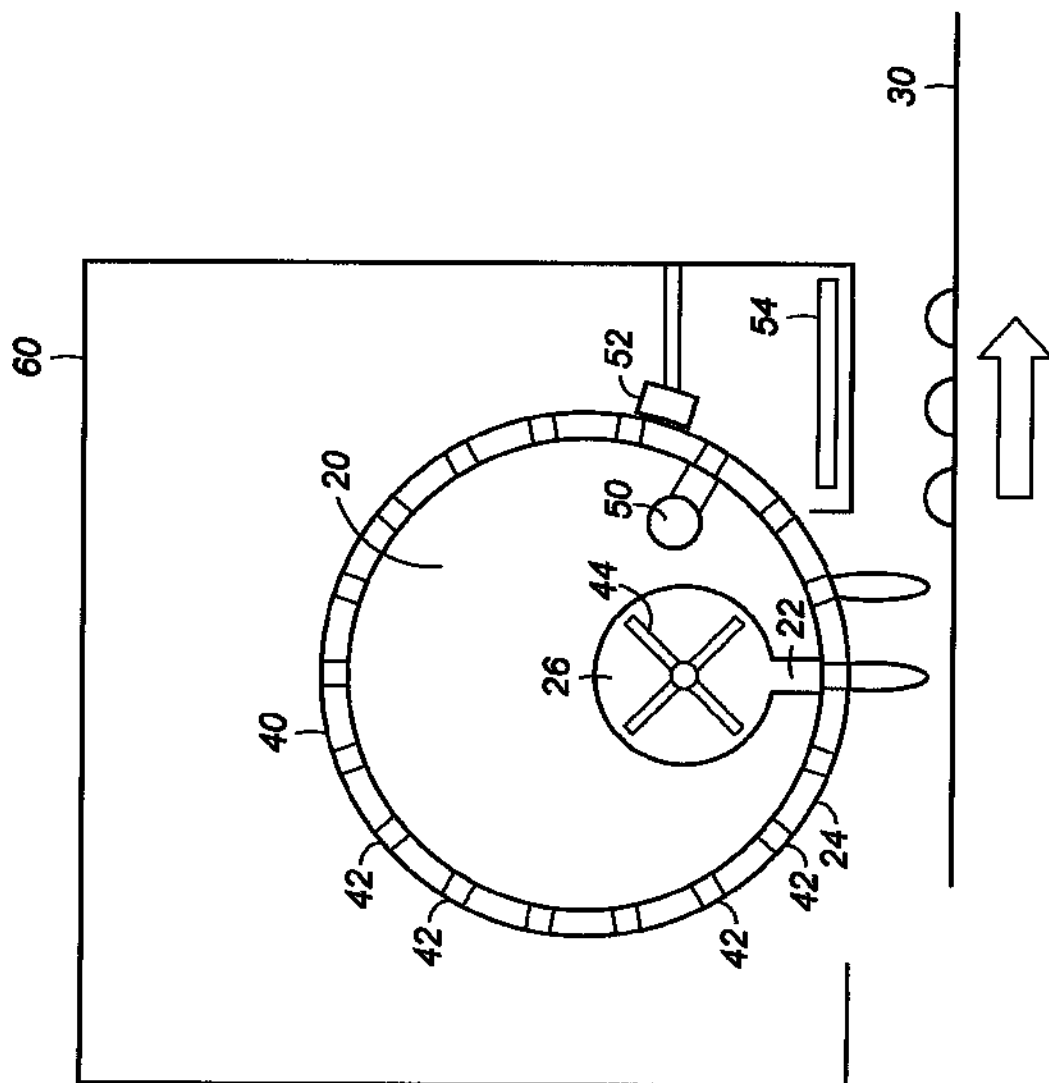


FIG. 2