

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 886 883**

51 Int. Cl.:

B01J 2/16 (2006.01)

C05C 9/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **18.04.2018** **PCT/EP2018/059831**

87 Fecha y número de publicación internacional: **01.11.2018** **WO18197283**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **18.04.2018** **E 18719810 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **09.06.2021** **EP 3615194**

54 Título: **Procedimiento y dispositivo para la producción de urea**

30 Prioridad:

25.04.2017 DE 102017108842

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

21.12.2021

73 Titular/es:

THYSSENKRUPP INDUSTRIAL SOLUTIONS AG
(50.0%)

ThyssenKrupp Allee 1
45143 Essen, DE y
THYSSENKRUPP AG (50.0%)

72 Inventor/es:

LEOPOLD, EUGEN

74 Agente/Representante:

GONZÁLEZ PECES, Gustavo Adolfo

ES 2 886 883 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

Procedimiento y dispositivo para la producción de urea

La invención se refiere a un procedimiento para la producción de partículas que contienen urea y a un dispositivo adecuado para llevar a cabo el procedimiento.

Debido a su alto contenido en nitrógeno del 46,62%, la urea es el fertilizante nitrogenado más importante del mundo; otro campo de aplicación importante es su uso como aditivo para piensos. La urea se produce industrialmente en grandes cantidades (2012: unos 184 millones de t en todo el mundo). Todos los procedimientos tienen en común que el carbamato de amonio formado exotérmicamente en un reactor a partir de amoníaco y dióxido de carbono a alta presión se convierte en urea en las etapas posteriores de descomposición y los gases sobrantes se devuelven al reactor. Durante su producción a partir de amoníaco y dióxido de carbono, la urea se origina en forma de solución acuosa, que después se evapora para ser transformada en granulados en pasos adicionales como la cristalización, la fusión o la pulverización. Los métodos de granulación más importantes para la urea consisten en la pulverización o el rociado de soluciones con concentración media a alta o incluso la fusión con subsiguiente solidificación de los productos. La urea sólida se produce principalmente en procesos de granulación por prilling en los que, por ejemplo, se utilizan granuladores de lecho fluidizado, granuladores de tambor o granuladores de cuchara como equipos de granulación. Para evitar la formación de grumos o polvo durante la producción o la manipulación, se añaden aditivos de granulación durante el procedimiento. Los aditivos de granulación más utilizados son el formaldehído o los agentes que contienen formaldehído, que reducen la formación de polvo durante la producción y el uso de los productos de urea, estabilizan los gránulos de urea y mejoran las propiedades de almacenamiento. La cantidad de formaldehído en el granulado suele ser del 0,4 al 0,5 % en peso en relación con la cantidad de urea.

Del estado de la técnica se conocen varios procesos para la producción de compuestos que contienen urea en forma de partículas. Por ejemplo, las partículas de urea se producen mediante condensación por pulverización, en donde una masa fundida de urea sustancialmente anhidra (con un contenido de agua del 0,1 al 0,3% en peso) se pulveriza desde la parte superior de una torre de condensación por pulverización en una corriente de aire ascendente a temperatura ambiente y las gotas se solidifican o se compactan en prills. Las prills así obtenidas tienen diámetros relativamente pequeños y una baja resistencia mecánica.

Las partículas de urea con diámetros de partícula más grandes y mejores propiedades mecánicas se producen principalmente mediante la granulación de una masa fundida de urea esencialmente anhidra o una solución acuosa de urea en un lecho fluidizado, como se describe, por ejemplo, en el documento US 4.219.589. En este proceso, una solución acuosa de urea con una concentración de urea del 70-99,9% en peso se pulveriza en un lecho fluidizado de partículas de urea en forma de gotitas muy finamente distribuidas con un diámetro medio de 20 a 120 μm . La temperatura se selecciona aquí de tal forma, que el agua de la solución pulverizada sobre las partículas de urea se evapore y la urea se deposite sobre las partículas, de forma que se obtengan gránulos con un tamaño de partícula deseado de 2,5 mm y más. Dado que en este proceso se originan cantidades relativamente grandes de polvo fino, especialmente si la solución de urea utilizada tiene un contenido de agua superior al 5% en peso, a menudo se utilizan aditivos de granulación que reducen esta formación de polvo. La adición de estos aditivos hace que las partículas del granulado, y especialmente su superficie, permanezcan plásticas, de modo que se obtienen partículas redondas con una superficie lisa y una buena estabilidad mecánica como resultado de sus movimientos de rodadura y sus colisiones. Por lo tanto, el granulado obtenido de esta manera tiene una gran resistencia a la presión y al impacto, una baja tendencia a formar polvo debido a la abrasión y, además de esto, sólo una baja tendencia a formar grumos incluso durante un almacenamiento prolongado. Sin embargo, los aditivos de granulación correspondientes no sólo se utilizan en la granulación en lecho fluidizado, sino también en otros procedimientos, como por ejemplo la cristalización por pulverización o la granulación en tambor.

En el documento WO94/03267 se describe un procedimiento para la preparación de partículas de urea, en el que una masa fundida o una solución de urea que contiene, entre otros, formaldehído, metilol urea, formurea o hexametilentetramina como aditivo de granulación, se pulveriza en forma de gotitas muy finas en un lecho fluidizado o sobre partículas de urea, en donde el aditivo de granulación se añade antes del proceso de granulación y precisamente de tal manera, que la mezcla entre dicho aditivo de granulación y la masa fundida o la solución de urea tenga un tiempo de contacto o de permanencia de al menos 20 segundos, pero no más de 20 minutos. La solución de urea se mezcla con el aditivo de granulación en una cantidad del 0,3 al 0,8% en peso, calculada como formaldehído y con relación al peso de los gránulos acabados. Otro concepto para la producción de partículas que contienen urea se vela en el documento US 5.965.071 A.

Una desventaja del procedimiento aquí descrito es que no es posible una selección o adaptación flexible e individual del tiempo de permanencia a las respectivas condiciones del procedimiento, como por ejemplo el aprovechamiento total o sólo parcial de la instalación o de la composición de la solución de urea/formaldehído. No es posible influir en el desarrollo de las reacciones entre los aditivos de granulación que contienen formaldehído y la urea y, por tanto, en la proporción de formaldehído libre en la solución de formaldehído/urea.

El tiempo de permanencia óptimo en cada caso depende de varios factores, como del contenido de agua de la masa fundida o de la solución de la urea, de la temperatura, de la cantidad de aditivo de granulación y de la composición química

de este aditivo. De esta manera, un tiempo de permanencia más corto conduce a que no se pueda conseguir una reducción suficiente o evitar la formación de polvo y especialmente de cenizas volantes, mientras que los tiempos de permanencia más largos conducen a un aumento significativo de la formación de biuret.

- 5 En los procedimientos conocidos, el tiempo de permanencia no puede controlarse o sólo puede controlarse de forma muy deficiente porque, por ejemplo, el volumen de los conductos es fijo, es decir, a medida que aumenta la producción de una instalación, el tiempo de permanencia se acorta, mientras que se alarga significativamente con carga parcial. Los aditivos de granulación se añaden a la solución de urea o a la masa fundida de urea a una cierta distancia del dispositivo de granulación, y dependiendo del volumen del conducto se obtiene el tiempo de permanencia. Los procedimientos descritos en el estado de la técnica no tienen la posibilidad de adaptar de forma flexible e individual el tiempo de permanencia a las respectivas condiciones del procedimiento, como por ejemplo el aprovechamiento total o sólo parcial de la instalación.

15 El formaldehído, los productos de adición y/o condensación de formaldehído y urea que contienen formaldehído o que son solubles en agua se utilizan normalmente como aditivos de granulación, pero tienen que añadirse en cantidades relativamente grandes y no son poco problemáticos en su manejo debido a sus propiedades tóxicas. Las fugas de formaldehído suponen un riesgo agudo para la salud y el medio ambiente, aunque la introducción de prepolímeros de urea-formaldehído, como el UF80 o el UF85, ha reducido estos riesgos. En el caso del UF80 y del UF85 se trata de un producto intermedio basado en una solución de formaldehído-urea con muy buenas propiedades de almacenamiento, alto contenido en sólidos, etc. El UF80 tiene un 56% de formaldehído y un 24% de urea, un máximo de 0,21% de metanol, un máximo de 0,01% de ácido fórmico y el resto como agua. El UF85 tiene un 60 % de formaldehído y un 25 % de urea, un máximo de 0,21 % de metanol, un máximo de 0,01 % de ácido fórmico y el resto como agua. A este respecto, UF significa urea/formaldehído, es decir, tanto formaldehído/urea como urea/formaldehído. El uso de estos prepolímeros también plantea la cuestión de los riesgos para la salud asociados a la exposición crónica a los vapores de formaldehído, que incluso en ese caso no pueden evitarse por completo.

25 Para evitar o reducir las desventajas mencionadas, se han investigado en el pasado varias alternativas al formaldehído y sus productos de adición y/o condensación solubles en agua como aditivo de granulación, cada una de las cuales, sin embargo, también está sujeta a limitaciones y desventajas.

30 A modo de ejemplo, se hace referencia al uso de lignosulfonatos de metales alcalinos como se describe en el documento US 5.766.302 o el uso de glyoxal o carbohidratos. Sin embargo, dependiendo del procedimiento de fabricación, estos conducen a una coloración amarillenta o marrón en el producto de urea obtenido, lo que no es deseable en muchos casos, por ejemplo en la producción de melamina. Por otra parte, el uso de sustancias tensioactivas, como las mezclas de acetato de polivinilo y alcohol polivinílico, como aditivos de granulación también da lugar a problemas, ya que tienden a formar espuma, por ejemplo, cuando el aditivo se mezcla con la masa fundida o en los depuradores, donde se disuelve el polvo de urea tratado y se perjudica la eficacia de los depuradores. La tendencia de estas sustancias a formar espuma también repercute en el producto final, que tiene una menor densidad y no es aceptado por el mercado. En general, la tendencia a la formación de espuma es, por tanto, inaceptable en las aplicaciones industriales de los gránulos de urea.

40 El documento WO 2015/193377 A1 intenta optimizar y/o reducir aún más estas desventajas descritas en estado de la técnica. Describe un compuesto que contiene urea en forma de partículas, un proceso para su preparación y el uso de un aditivo para la producción de un compuesto que contiene urea en forma de partículas. Para la producción de un compuesto que contenga urea en forma de partículas, se utilizan aditivos que comprenden uno o ambos componentes (ii) y (iii): en donde (ii) es una combinación de al menos un polímero u oligómero que contenga un grupo amino y al menos un compuesto polivinílico funcionalizado; (iii) comprende al menos un dialdehído alifático C2-C8. A modo de ejemplo se mencionan como componente (ii) una combinación entre polietilenimina y polivinilamina y como parte integrante del componente (iii) etanodiol y glutaraldehído. El objetivo de estos aditivos es proporcionar una alternativa que evite el uso de formaldehído y, al mismo tiempo, pueda utilizarse para producir compuestos en forma de partículas, cuyas propiedades mecánicas sean comparables a las producidas con formaldehído. El uso de tales aditivos de granulación requiere instalaciones más complejas para la producción de compuestos que contienen urea en forma de partículas, ya que deben implementarse los dispositivos correspondientes para la preparación, la mezcla y/o la adición de los aditivos de granulación, que, por un lado, son significativamente más complejos y, por tanto, más costosos y, por otro lado, requieren más espacio, lo que dificulta la implementación en las instalaciones de producción existentes para y dispositivos de granulación de urea.

55 Los fertilizantes resultantes de los procesos de producción de urea tienen una mayor concentración de biuret. En altas concentraciones, el biuret interfiere con el metabolismo interno del N en las plantas e impide la formación de proteínas en las mismas. El biuret es degradado por muchos microorganismos del suelo, pero sólo con relativa lentitud. Los procesos de producción de urea más modernos suelen tener concentraciones de biuret inferiores al 1,0 o 1,3 %, lo que apenas supone un problema para la mayoría de las aplicaciones, pero hay algunas especies de plantas que son especialmente sensibles al biuret, es decir, debe utilizarse una urea con concentraciones de biuret muy bajas. Mientras que la aplicación foliar de soluciones de urea que contienen un 1% de biuret es aceptable para muchos cultivos agrícolas comunes, la fertilización foliar de algunos cultivos sensibles requiere urea con concentraciones especialmente bajas de biuret (menos del 0,3% de biuret, preferiblemente menos del 0,2% de biuret).

65 Cuando se construyen instalaciones para la producción de urea y la granulación de urea, se deben observar las leyes

- medioambientales pertinentes, por ejemplo, en lo que respecta a la emisión de COV (compuestos orgánicos volátiles), que también incluyen el formaldehído. El uso de formaldehído en forma de precondensado/polímero de formaldehído/urea (por ejemplo, UF80 o UF85) como aditivo para la granulación ya ha permitido reducir considerablemente la emisión de formaldehído libre en la atmósfera en el pasado. Dado que el formaldehído libre también está presente en estos precondensados, existe el riesgo de que el formaldehído libre también esté presente en los gases de escape de la instalación. Es de esperar que en el futuro se reduzcan aún más los límites de formaldehído en todo el mundo, para proteger adecuadamente a las personas y al medio ambiente. Esto significa que habrá que seguir invirtiendo en una tecnología que, por un lado, cumpla estos nuevos valores límite y, por otro, siga siendo económicamente interesante.
- 10 Del documento US 5.965.071 A se conoce un procedimiento para la producción de un granulado de urea, en el que se descarga una corriente lateral de solución de urea desde un conducto de alimentación de solución de urea al granulador, que seguidamente se mezcla con una corriente de una solución acuosa de formaldehído en un dispositivo de mezclado. La corriente lateral de la solución de urea y la solución de formaldehído se alimentan por separado al dispositivo de mezclado, de modo que sólo se reúnen en el dispositivo de mezcla. En el dispositivo de mezclado está prevista una refrigeración. Además de esto, se alimenta una solución de amoníaco al dispositivo de mezclado. Aguas abajo del dispositivo de mezclado está previsto un evaporador para concentrar la solución y, a continuación, la solución concentrada, en la que se trata de un precondensado de urea-formaldehído, se alimenta de nuevo a la corriente principal de solución de urea, antes de que la mezcla entre en el granulador.
- 20 Por lo tanto, es una tarea de la presente invención proporcionar un procedimiento y un aparato para la producción de partículas que contengan urea, que no tengan las desventajas del estado de la técnica, o al menos las tengan en forma reducida.
- 25 Esta tarea se resuelve con las características de las reivindicaciones 1 y 11, respectivamente.
- Se encontró que se pueden obtener partículas que contienen urea con propiedades satisfactorias utilizando el procedimiento según la invención sin las desventajas anteriores. De esta manera,
- los riesgos para la salud y el medio ambiente asociados al uso de aditivos de granulación que contienen formaldehído, como el formaldehído y los condensados de urea-formaldehído, según los procedimientos del estado de la técnica, se reducen o incluso se evitan por completo; y/o
 - se proporciona una alternativa de menor coste a la producción de partículas que contienen urea según los procedimientos del estado de la técnica que utilizan formaldehído y condensados de urea-formaldehído o aditivos de granulación alternativos; y/o
 - la coloración indeseable del compuesto se reduce o incluso se evita por completo; y/o
 - la espuma no deseada durante la producción o el lavado en húmedo se reduce o incluso se evita por completo; y/o
 - la formación de polvo durante la producción del compuesto se reduce o incluso se evita por completo; y/o
 - el contenido de biuret se reduce o incluso se evita completamente durante el procedimiento de producción y en el producto final; y/o
 - la emisión de formaldehído se reduce o incluso se evita por completo; y/o
 - el procedimiento según la invención puede integrarse sin problemas en instalaciones existentes de producción de urea y granulación; y/o
 - el tiempo de permanencia de la solución que contiene urea se controla de forma flexible y se adapta a las condiciones individuales en la instalación.
- 45 Un aspecto de la invención se refiere a un proceso para producir partículas que contienen urea, que comprende los pasos de:
- (a) proporcionar una solución que contenga urea en una primera corriente
 - (b) proporcionar una solución que contenga un aditivo de granulación que contenga formaldehído
 - (c) ramificar una parte de la solución que contiene urea desde la primera corriente a una corriente lateral
 - 50 (d) reunir la parte de la solución que contiene urea desde la corriente lateral y la solución que contiene un aditivo de granulación que contiene formaldehído en una segunda corriente
 - (e) alimentar la segunda corriente a la primera corriente
 - (f) alimentar la primera corriente, que también contiene la solución desde la segunda corriente, en un dispositivo de granulación o dispositivo de prilado, en donde la cantidad de la parte de la solución que contiene urea, que procedía de la primera corriente y se reúne con una solución que contiene un aditivo de granulación que contiene formaldehído en una segunda corriente, se controla mediante un dispositivo de control para la dosificación, estando dicha cantidad controlada mediante al menos una válvula.
- 55

En el procedimiento según la invención, se minimiza el contenido de biuret y formaldehído de las partículas que contienen urea. El aditivo de granulación que contiene formaldehído puede ser, por ejemplo, un precondensado o polimerizado de

formaldehído/urea.

En este caso, la solución que contiene urea puede estar presente tanto en forma de solución acuosa como de masa fundida.

Habitualmente, la solución que contiene urea se evapora, es decir, se concentra, antes de alimentarse al dispositivo de granulación.

En una forma de realización preferida del procedimiento según la invención, el contenido de urea de la solución proporcionada en el paso (a) es superior al 60% en peso. En otra forma de realización preferida, el contenido de urea es superior al 95% en peso, preferiblemente superior al 97% en peso, de forma particularmente preferida superior al 98% en peso, más preferiblemente superior al 98,5% en peso.

La temperatura de la solución que contiene urea es preferiblemente superior a 130°C.

Los dispositivos de granulación adecuados son, por ejemplo, granuladores de lecho fluidizado o granuladores de tambor. La granulación de la solución que contiene urea con la adición de un aditivo de granulación que contiene formaldehído puede llevarse a cabo mediante métodos habituales conocidos por el experto, por ejemplo, mediante condensación por pulverización (prilling), granulación en tambor o granulación en lecho fluidizado.

En el procedimiento según la invención, la solución que contiene un aditivo de granulación que contiene formaldehído no se añade directamente a la solución que contiene urea durante su transporte desde la instalación de urea al dispositivo de granulación (primera corriente), sino que una parte de la solución que contiene urea se separa de la primera corriente en una corriente lateral y se reúne con la solución que contiene un aditivo de granulación que contiene formaldehído en una segunda corriente.

La cantidad de solución que contiene urea que se separa puede controlarse preferiblemente mediante una válvula adecuada. En una forma de realización preferida, esta válvula puede regularse continuamente, en donde se puede regular preferiblemente de forma continua en un rango tan amplio como sea posible.

Una solución que contiene un aditivo de granulación que contiene formaldehído consiste, por ejemplo, en soluciones que contienen formaldehído/urea. Por ejemplo, puede utilizarse formaldehído o productos de adición y/o condensación solubles en agua a partir de formaldehído y urea. En una forma de realización preferida, se utilizan precondensados o polimerizados de formaldehído/urea. Ejemplos adecuados de tales precondensados de formaldehído/urea son los UF80 o UF85 disponibles en el mercado. El uso de precondensados de formaldehído/urea como aditivo de granulación reduce ventajosamente la liberación de vapores de formaldehído.

En una forma de realización del proceso según la invención, el procedimiento comprende un paso en el que, después de que una porción de la solución que contiene urea desde la primera corriente y la solución que contiene un aditivo de granulación que contiene formaldehído se hayan reunido en una segunda corriente, tiene lugar un mezclado o un entremezclado. Este mezclado puede realizarse mediante dispositivos conocidos en el estado de la técnica.

En otra forma de realización, la solución de la segunda corriente se hace pasar por un dispositivo de reacción, antes de ser alimentada a la primera corriente. En el caso del dispositivo de reacción puede tratarse, por ejemplo, de un tubo ensanchado o un recipiente con un volumen suficiente para garantizar el tiempo de reacción necesario. En otra forma de realización, en el caso del dispositivo de reacción se trata de un reactor, por ejemplo un reactor UF, es decir, un reactor de urea-formaldehído. En un diseño de instalación convencional según el estado de la técnica, el aditivo de granulación que contiene formaldehído, en particular el precondensado de urea/formaldehído, se añade directamente a la masa fundida de urea, las dos corrientes se mezclan y a continuación la mezcla fluye directamente hasta el granulador. En el contexto de la presente invención, se ha comprobado que la distancia recorrida por la mezcla tras el mezclado es importante para el ajuste del contenido correcto de formaldehído en la masa fundida de urea. Si el tiempo de permanencia en la tubería es demasiado corto, la distribución del formaldehído en la masa fundida de urea es insuficiente y la calidad del granulado disminuye. Si el tiempo de permanencia en la tubería es demasiado largo, se produce la formación de biuret. Con el dispositivo de reacción según la invención (el reactor UF), ahora es posible ajustar la proporción de formaldehído a la solución de urea con mucha más precisión y también controlar el tiempo de permanencia para ajustar la mezcla ideal. Por medio de que el tiempo de permanencia en el dispositivo de reacción puede ajustarse, el conducto principal hasta el granulador puede ser significativamente más corto y, como resultado de ello, la formación de biuret en la corriente principal se reduce considerablemente.

La segunda corriente se alimenta de nuevo a continuación a la primera corriente. Preferiblemente, una parte de la solución que contiene urea no separada procedente de la primera corriente y de la solución que contiene formaldehído de la segunda corriente se reúnen sólo poco antes del dispositivo de granulación.

La alimentación de la segunda corriente a la primera corriente puede ser controlada por unas válvulas adecuadas, si es necesario. A este respecto se prefiere que esta(s) válvula(s) pueda(n) graduarse continuamente y precisamente en un rango tan amplio como sea posible. De este modo se hace posible una dosificación a la hora de alimentar y, si es

necesario, también de bloquear la segunda corriente hacia/desde la primera corriente.

En una forma de realización del procedimiento según la invención, el contenido de formaldehído en la primera corriente de la solución que contiene urea, después de alimentar la segunda corriente, antes de alimentarse a un dispositivo de granulación o dispositivo de prilado, es de 0,01-0,4 % en peso en relación con el contenido de urea. En otra forma de realización, el contenido de formaldehído en la primera corriente antes de alimentarse a un dispositivo de granulación o de prilado es inferior o como máximo del 0,3 % en peso en relación con la cantidad de urea. De nuevo en otra forma de realización, el contenido de formaldehído en la primera corriente antes de alimentarse a un dispositivo de granulación o dispositivo de prilado es inferior o como máximo al 0,2% en peso, preferiblemente inferior o como máximo al 0,1% en peso y de forma particularmente preferida inferior o como máximo al 0,05% en peso en relación con la cantidad de urea.

Mediante la posibilidad de controlar de forma variable la cantidad de la parte de la solución que contiene urea, que se ramifica desde la primera corriente, por ejemplo a través de una válvula adecuada, es posible adaptar la cantidad de solución que contiene urea en la corriente lateral de tal forma, que el tiempo de permanencia en la segunda corriente, en particular en el dispositivo de reacción, puede seleccionarse libremente y, por tanto, también el grado de las reacciones que tienen lugar en el dispositivo de reacción.

En particular, mediante el procedimiento según la invención, el tiempo de permanencia/contacto de la solución que contiene formaldehído, preferiblemente en forma de un precondensado/polimerizado de formaldehído/urea como UF80 o UF85, puede adaptarse, controlarse y regularse, en particular también en función de la composición de la solución de formaldehído/urea. De este modo, se puede influir en el desarrollo de la reacción entre la solución de formaldehído/urea y la solución que contiene urea como se desee y, por tanto, también se puede controlar la proporción de formaldehído libre en la solución. El tiempo de permanencia/contacto se selecciona de tal manera, que haya tiempo suficiente para que se produzcan las reacciones deseadas, como por ejemplo entre el formaldehído y la metilol urea a metileno diurea.

Modificando la cantidad de solución que contiene urea en la corriente lateral, se puede controlar el tiempo de permanencia en el dispositivo de reacción. El cambio en los tiempos de reacción influye en la cantidad de formaldehído libre que sigue presente en la solución. Es decir, mediante el procedimiento según la invención, los valores de emisión de COV, en particular de formaldehído, pueden controlarse como se desee. Esto reduce la proporción de formaldehído libre u otras sustancias volátiles en los gases de escape, que pueden reaccionar en la solución que contiene urea.

Al mismo tiempo, al controlar el tiempo de permanencia/contacto, la formación de biuret en la solución que contiene urea no separada en la corriente también se reduce significativamente, preferiblemente se evita. Esto es posible porque el procedimiento según la invención permite tiempos de permanencia más largos con una corriente lateral muy pequeña de la solución que contiene urea, que se reúne con la solución que contiene un aditivo de granulación que contiene formaldehído para formar una segunda corriente. La longitud del trayecto (conducto de transferencia) de la solución que contiene urea desde la instalación de urea hasta el dispositivo de granulación puede optimizarse ventajosamente y mantenerse corta en el procedimiento según la invención sin tener en cuenta el tiempo de permanencia y, por lo tanto, la formación total de biuret puede minimizarse. Dado que el tiempo de permanencia de la solución que contiene urea en el conducto de transferencia no juega ningún papel, la evaporación de la solución que contiene urea puede acomodarse cerca del granulador y, de esta manera, puede reducirse aún más el tiempo de permanencia de la solución que contiene urea con una concentración y una temperatura elevadas. Mediante el procedimiento según la invención, se garantiza también una formación de biuret significativamente reducida para el funcionamiento de la instalación bajo carga parcial.

Los momentos y la adición de los componentes pueden variar. Por ejemplo, de esta manera es posible que toda la segunda corriente se añada a la primera corriente justo antes del dispositivo de granulación y que esta corriente reunida (primera corriente, que también contiene la solución de la segunda corriente) entre en el dispositivo de granulación por el lado del inicio de la granulación.

En otra forma de realización, el procedimiento de granulación tiene lugar a lo largo de una trayectoria de crecimiento sustancialmente longitudinal desde un extremo de inicio de la granulación hasta un extremo de salida del producto. La primera corriente que contiene la solución que contiene urea se introduce en el dispositivo de granulación por medio de una pluralidad de conductos de alimentación de urea que parten de la alimentación principal de urea, el conducto de transferencia, en donde las alimentaciones de urea se distribuyen a lo largo de la trayectoria longitudinal desde una primera alimentación de urea, más cercana al extremo de inicio de la granulación, hasta una última alimentación de urea más cercana al extremo de salida del producto, y en donde la segunda corriente que contiene la solución que contiene formaldehído se mezcla con la primera corriente. El conducto de alimentación que contiene la segunda corriente puede dividirse en varios conductos de alimentación que se introducen directamente en los respectivos conductos de alimentación de urea que parten de la alimentación principal de urea, el conducto de transferencia.

En una forma de realización, la concentración de la segunda corriente en las alimentaciones de urea puede ser en este caso no uniforme, de manera que al menos dos de las alimentaciones de urea tienen una concentración diferente de la segunda corriente, en donde la segunda corriente se divide en una pluralidad de corrientes que contienen formaldehído, y cada corriente que contiene formaldehído se mezcla directamente con la primera corriente respectiva en un conducto de alimentación de urea.

En otra forma de realización, toda la segunda corriente se añade a la primera corriente sólo en el último conducto de alimentación de urea, que es más cercana al extremo de descarga del producto. El resultado es que el núcleo de las partículas que contienen urea no contiene formaldehído y sólo la parte exterior de las partículas contiene formaldehído.

- 5 Otro aspecto no reivindicado se refiere a las partículas que contienen urea que se pueden obtener mediante un procedimiento según la invención, como se ha descrito anteriormente.

En una forma de realización, las partículas que contienen urea tienen un contenido de formaldehído del 0,01 al 0,4% en peso en relación con el contenido de urea.

- 10 Las partículas que contienen urea pueden contener otros componentes, además de los componentes mencionados. El tipo de componentes, así como su cantidad, dependen, por ejemplo, de la urea o del componente de formaldehído utilizados. De esta manera, el compuesto que contiene urea en forma de partículas puede contener agua, por ejemplo en una cantidad del 0,05 al 0,5% en peso, en particular del 0,1 al 0,3% en peso y subproductos de la síntesis de la urea como, por ejemplo, biuret o NH_3 . Por lo general, la proporción de subproductos no es superior al 1,5 % en peso, en particular no más del 1,25 % en peso.

Otro aspecto es el uso de las partículas que contienen urea, tal como se ha descrito anteriormente, como fertilizante o como urea industrial.

- 20 Otro aspecto de la invención se refiere a un dispositivo para producir partículas que contienen urea con las características de la reivindicación 11.

- 25 En una forma de realización preferida del dispositivo según la invención, el dispositivo de granulación es un granulador de lecho fluidizado, en otra un granulador de tambor.

Según la invención, el conducto de corriente lateral (6) ramificado desde el conducto de transferencia (3) tiene un dispositivo de control para la dosificación (5), que comprende una válvula. En este caso puede tratarse de válvulas adecuadas, que preferiblemente pueden regularse continuamente.

- 30 En una forma de realización, el conducto de transferencia (3), después de la ramificación del conducto de corriente lateral (6) y antes de la confluencia del conducto de alimentación (8) con el conducto de transferencia (3'), tiene un dispositivo de control (5') para la dosificación. Los dispositivos de control adecuados son conocidos por el experto del estado de la técnica. A este respecto puede tratarse de unas válvulas adecuadas, que preferiblemente pueden regularse continuamente.

En el caso del dispositivo de reacción (7) puede tratarse, por ejemplo, de un tubo ensanchado o de un recipiente de reacción, a través del cual fluye la solución que contiene urea y que permite crear un volumen y ajustar el tiempo de permanencia de la reacción.

- 40 El dispositivo según la invención es particularmente adecuado para llevar a cabo el procedimiento según la invención. Un aspecto más se refiere, por tanto, al uso del dispositivo según la invención para llevar a cabo el procedimiento según la invención para producir partículas que contienen urea.

- 45 Los procedimientos según la invención y el dispositivo según la invención pueden combinarse, por ejemplo, con una instalación para la producción de urea.

La figura 1 muestra un esquema de un dispositivo para llevar a cabo un procedimiento, que comprende la adición de un aditivo de granulación a la solución de urea (según el estado de la técnica).

- 50 La figura 2 muestra un esquema de un dispositivo según la invención para llevar a cabo un procedimiento según la invención, que comprende la adición de un aditivo de granulación a la solución de urea.

La figura 3 un esquema de un dispositivo según la invención para llevar a cabo un procedimiento según la invención, que comprende la adición de un aditivo de granulación a la solución de urea con conductos de alimentación distribuidos del aditivo de granulación.

- 55 El dispositivo mostrado en la Fig. 1, como también se utiliza en el estado de la técnica, comprende un conducto de transferencia (3) en la que fluye una solución que contiene urea, al que se alimenta una solución que contiene un aditivo de granulación que contiene formaldehído a través de una bomba (2) y un conducto de transporte (4). Esta solución se alimenta después al dispositivo de granulación (9). Esto puede hacerse a lo largo del conducto de transferencia (3, 3') mediante una bomba (1) y/o una válvula adecuada (5'). La adición del aditivo de granulación que contiene formaldehído debe tener lugar a una distancia suficiente del dispositivo de granulación, para que se pueda garantizar un tiempo de permanencia suficiente, en el que puedan tener lugar las reacciones deseadas entre el formaldehído y la urea. Es decir, el conducto de transferencia debe ser correspondientemente largo, lo que al mismo tiempo conduce a un aumento de la formación de biuret.

La Fig. 2 muestra una forma de realización de un dispositivo según la invención, en la que un conducto de conducto lateral (6) que contiene la solución que contiene urea se ramifica desde el conducto de transferencia (3), en el que se encuentra la primera corriente de la solución que contiene urea. Con la ayuda de un dispositivo de control para la dosificación (5) - por ejemplo una válvula de funcionamiento continuo, la cantidad ramificada de la solución que contiene urea puede ser dosificada en la corriente lateral en la cantidad deseada. A través de una bomba (2) y un conducto de transporte (4) se proporciona una solución de aditivo de granulación que contiene formaldehído y se reúne con la parte de la solución que contiene urea procedente de la primera corriente, y ramificada en la corriente lateral, en una segunda corriente. El conducto de transporte (4) está conectada a un dispositivo de reacción (7), en donde el conducto de corriente lateral (6) desemboca en el conducto de transporte (4) delante del dispositivo de reacción (7). De este modo, una parte de la solución que contiene urea procedente de la primera corriente y la solución que contiene formaldehído/urea se reúnen en una segunda corriente. Esta solución reunida (en la segunda corriente) se conduce al dispositivo de reacción (7) a través del conducto de transporte. Aquí tienen lugar esencialmente las reacciones deseadas entre, por ejemplo, formaldehído y metilol urea para formar metilendiurea. Mediante el control de la proporción de la solución que contiene urea ramificada en la corriente lateral del conducto lateral (6), es posible, entre otras cosas, controlar el tiempo de permanencia en el dispositivo de reacción (7) y, por lo tanto, también el grado de las reacciones que tienen lugar allí. Modificando el tiempo de permanencia y, por tanto, el tiempo de reacción, se influye en y se controla el contenido de formaldehído en la solución tras salir del reactor (7) y, por tanto, también los valores de emisión. Esto se refiere en particular a los COV en el aire de salida del dispositivo de granulación (9). Se consigue un mayor tiempo de permanencia mediante una corriente lateral muy pequeña de solución que contiene urea. De este modo, la formación de biuret en la primera corriente se mantiene muy baja o incluso se evita completamente en el conducto de transferencia (3, 3') en comparación con los procedimientos según el estado de la técnica. Ventajosamente, la longitud del conducto de transferencia (3, 3') puede optimizarse sin tener en cuenta un tiempo de permanencia necesario y puede mantenerse muy corta. Después de salir del dispositivo de reacción (7), la segunda corriente se alimenta a través de un conducto de alimentación (8) al conducto de transferencia (3'), preferiblemente sólo poco antes del dispositivo de granulación (9). Un dispositivo de control (5') para la dosificación de las proporciones relativas de las corrientes primera y segunda entre sí se encuentra antes de la desembocadura del conducto de alimentación (8) en el conducto de transferencia (3').

La Fig. 3 muestra una forma de realización de un dispositivo según la invención, en la que el conducto de alimentación 8 de la segunda corriente se divide en una pluralidad de conductos de alimentación 8', 8'', 8''', 8''', en donde cada conducto de alimentación 8', 8'', 8''', 8''', desemboca en un conducto de transferencia correspondiente 3', 3'', 3''', 3''', que contiene una solución que contiene urea como primera corriente. En esta forma de realización, la segunda corriente no se alimenta directa y completamente a la vez a la primera corriente en un conducto de transferencia. De este modo, se puede controlar la relación entre las concentraciones de la primera y la segunda corriente. Para ello, la cantidad de la segunda corriente y, por lo tanto, el contenido de formaldehído puede controlarse mediante el uso de válvulas adecuadas, no mostradas aquí. De esta manera, se puede conseguir una distribución no unitaria del formaldehído como aditivo de granulación en las partículas que contienen urea.

A continuación, la invención se explica mediante ejemplos. Estas explicaciones son meramente a modo de ejemplo y no restringen la idea general de la invención.

Ejemplos:

Ejemplo comparativo:

En un aparato según la Fig. 1, se mezclan 138 m³/h de una solución que contiene urea con 1 m³/h de una solución de urea-formaldehído y se conducen a través del conducto de transferencia al dispositivo de granulación, por ejemplo, un granulador. El conducto de transferencia está diseñado de tal manera, que el tiempo de permanencia a plena potencia del dispositivo sea de aproximadamente 30 segundos.

Ejemplo 1:

En un aparato según la Fig. 2, en el que se utiliza un recipiente de reacción con un volumen de 0,1 m³, se ramifican diferentes corrientes laterales de una solución que contiene urea a partir de 138 m³/h de una solución que contiene urea:

- a) Una corriente lateral de 1 m³/h de una solución que contiene urea se mezcla con 1 m³/h de solución de UF y se introducen 2 m³/h de la solución en el recipiente de reacción. El resultado es un tiempo de permanencia de 3 minutos en el recipiente de reacción.
- b) Una corriente lateral de 17 m³/h de una solución que contiene urea se mezcla con 1 m³/h de solución de UF y se introducen 18 m³/h de la solución en el recipiente de reacción. El resultado es un tiempo de permanencia de 20 segundos en el recipiente de reacción.

Esta alta variabilidad en el tiempo de permanencia permite una reacción flexible a las diferentes composiciones de la

mezcla de UF y así controlar las emisiones de formaldehído.

- 5 La formación de biuret se reduce porque las soluciones que contienen urea desviadas, incluida la solución de UF, 2 m³/h y 18 m³/h, respectivamente, como se describe en los ejemplos 1a) y 1b), tienen un tiempo de permanencia seleccionado y, por lo tanto, los 137m³/h y 121 m³/h restantes, respectivamente, pueden alimentarse al granulador a través de un conducto de transferencia muy corto.

Lista de signos de referencia:

- 1 Bomba
- 2 Bomba
- 10 3,3' Conducto de transferencia
- 4 Conducto de transporte
- 5, 5', 5", 5"', 5"" Dispositivo de control para la dosificación
- 6 Conducto de corriente lateral
- 7 Dispositivo de reacción
- 15 8, 8', 8", 8"', 8"" Conducto de alimentación
- 9 Dispositivo de granulación

20

REIVINDICACIONES

1.- Procedimiento para la producción de partículas que contienen urea, que comprende los pasos:

- (a) proporcionar una solución que contenga urea en una primera corriente
- (b) proporcionar una solución que contenga un aditivo de granulación que contenga formaldehído
- (c) ramificar una parte de la solución que contiene urea desde la primera corriente en una corriente lateral
- (d) reunir la parte de la solución que contiene urea procedente de la corriente lateral y la solución que contiene un aditivo de granulación que contiene formaldehído en una segunda corriente
- (e) alimentar la segunda corriente a la primera corriente
- (f) alimentar la primera corriente, que también contiene la solución procedente de la segunda corriente, en un dispositivo de granulación o dispositivo de prilado,

caracterizado porque la cantidad de la parte de la solución que contiene urea, que procede de la primera corriente y se reúne con una solución que contiene un aditivo de granulación que contiene formaldehído en una segunda corriente, se controla mediante un dispositivo de control para dosificar (5), siendo esta cantidad controlada a través de al menos una válvula.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado porque** el dispositivo de granulación se selecciona entre un granulador de lecho fluidizado o un granulador de tambor.

3.- Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** después de reunir una parte de la solución que contiene urea desde la primera corriente y la solución que contiene un aditivo de granulación que contiene formaldehído en una segunda corriente, tiene lugar el mezclado/entremezclado.

4.- Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** la segunda corriente es conducida a través de un dispositivo de reacción (7), antes de ser alimentada por la primera corriente.

5.- Procedimiento según la reivindicación 4, **caracterizado porque** el dispositivo de reacción (7) es un recipiente de reacción o un tubo ensanchado.

6.- Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** el contenido de formaldehído en la primera corriente de la solución que contiene urea, después de alimentar la segunda corriente, antes de alimentarse a un dispositivo de granulación o un dispositivo de prilado, es del 0,01 al 0,4% en peso, en relación con el contenido de urea.

7.- Procedimiento según la reivindicación 6, **caracterizado porque** el contenido de formaldehído en la primera corriente antes de alimentarse a un dispositivo de granulación o de prilado es inferior o como máximo al 0,3% en peso, preferiblemente inferior o como máximo al 0,2% en peso, de forma particularmente preferida inferior o como máximo al 0,1% en peso y de forma muy particularmente preferida inferior o como máximo al 0,05% en peso, en relación con la cantidad de urea.

8.- Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** el contenido de urea de la solución que contiene urea proporcionada es superior al 60% en peso, preferiblemente superior al 95% en peso, de forma particularmente preferida superior al 97% en peso, de forma muy particularmente preferida superior al 98% en peso, de forma aún más preferida superior al 98,5% en peso.

9.- Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** la temperatura de la solución que contiene urea es superior a 130°C.

10.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 9, **caracterizado porque** el aditivo de granulación que contiene formaldehído es formaldehído o una solución que contiene formaldehído y urea o contiene un producto de adición y/o condensación soluble en agua formado por formaldehído y urea, conteniendo de manera particularmente preferida un precondensado o polimerizado de formaldehído/urea.

11.- Dispositivo para la producción de partículas que contienen urea, que comprende:

- (a) un conducto de transferencia (3) para una primera corriente de solución que contiene urea,
- (b) un conducto de corriente lateral (6) que se ramifica desde el conducto de transferencia (3) y que contiene una solución que contiene urea ramificada desde la primera corriente,
- (c) un dispositivo de reacción (7),
- (d) un conducto de transporte (4) a través del cual se alimenta una solución que contiene un aditivo de granulación que contiene formaldehído, que está conectado al dispositivo de reacción (7),
- (e) un conducto de alimentación (8) desde el dispositivo de reacción (7) hasta el conducto de transferencia (3')
- (f) un dispositivo de granulación (9), al que se alimenta la solución que contiene urea a lo largo del conducto de transferencia (3, 3') mediante una bomba (1) y/o una válvula adecuada (5) y, a través del conducto de transporte (4), la solución que contiene un aditivo de granulación que contiene formaldehído,

- 5 **caracterizado porque** el conducto de corriente lateral (6) desemboca en el conducto de transporte (4) delante del dispositivo de reacción (7) y porque el conducto de corriente lateral (6) que se ramifica desde el conducto de transferencia tiene un dispositivo de control para la dosificación (5), en donde el dispositivo de control para la dosificación (5) comprende una válvula.
- 10 12.- Dispositivo según la reivindicación 11, **caracterizado porque** el conducto de transferencia (3), después de la ramificación del conducto de corriente lateral (6) y antes de la desembocadura del conducto de alimentación (8) en el conducto de transferencia (3'), tiene un dispositivo de control (5') para la dosificación.
- 13.- Dispositivo según una de las reivindicaciones 11 ó 12, **caracterizado porque** el dispositivo de reacción (7) es un recipiente de reacción o un tubo ensanchado.

Figura 1

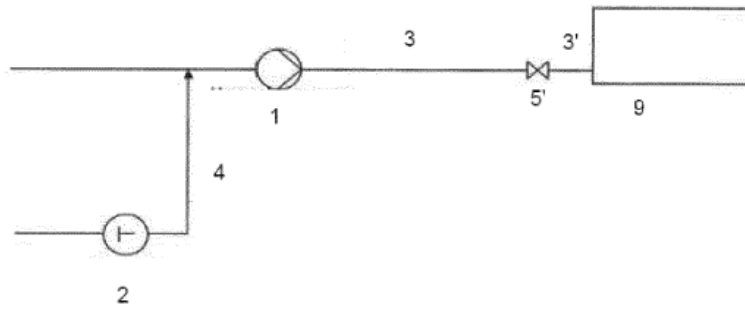


Figura 2

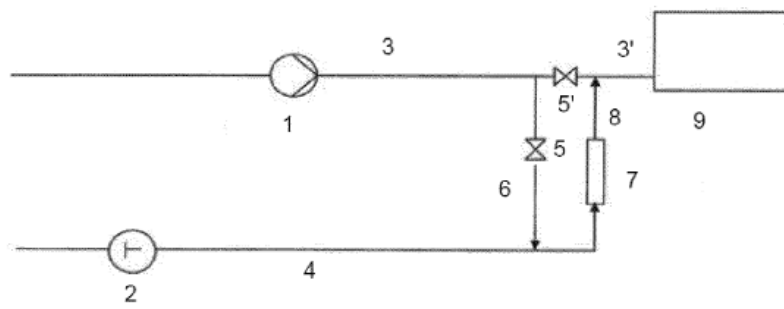


Figura 3

