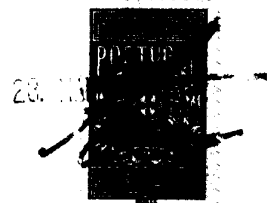


62 692

Ref: 75-045-0

PORTUGAL

78.656



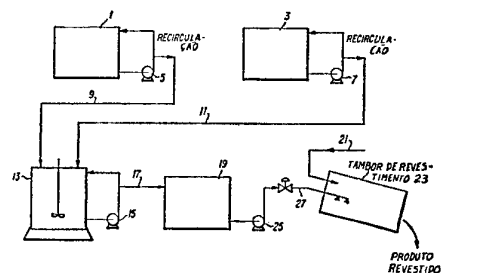
"Processo de preparação de agentes de revestimento para materiais em partículas"

para que

MISSISSIPPI CHEMICAL CORPORATION,  
pretende obter privilégio de invenção  
em Portugal.

R E S U M O

Um substrato em partículas dotado com um revestimento protector que compreende partículas dum substrato revestido com o produto reaccional de pelo menos um composto de amina e uma siloxana.





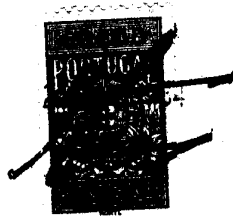
### DESCRIÇÃO DO INVENTO

O presente invento refere-se a um processo para dotar materiais em particulas com um revestimento protector. Mais particularmente, o presente invento refere-se ao revestimento de fertilizantes em particulas tal como nitrato de amónio com o produto reaccional duma amina e uma siloxana.

No passado terra diatomácea (TD) e argilas tratadas foram usadas como um agente de condicionamento de revestimento para fertilizantes em particulas tal como nitrato de amónio. No entanto, por várias razões, a terra diatomácea foi-se tornando de modo crescente não-aceitável como material de revestimento protector para fertilizantes. Uma razão é que a qualidade da terra diatomácea, por si própria, foi-se declinando como os melhores graus de terra que foi retirada por mineração. Os graus inferiores de TD deram como resultado revestimentos que não satisfizeram as estritas exigências físicas e químicas para revestimentos de TD aceitáveis. Produziram-se problemas de armazenagem e manipulação por causa dos graus inferiores de TD que estão sendo utilizados.

Um outro inconveniente do uso de terra diatomácea e argilas é que existe sempre um problema indesejável de criação de pó na manipulação da terra diatomácea visto que está é sólida relativamente seca com pequeno tamanho de particulas. Habitualmente, desde cerca de 1-1,5% em peso de TD é revestida sobre particulas de nitrato de amónio. Nem toda a TD, no entanto, adere as particulas do fertilizante. Este facto acarreta sérios problemas para as instalações de fabricação de nitrato de amónio que são os mesmos sobre manutenção de equipamento adicional, custos extraordinários de limpeza e similares. Além disso, existem sérios problemas de manipulação com clientes ocupados com o nitrato de amónio revestido de TD.

Ainda um outro problema com terra diatomácea é que os preços de terra diatomácea de grau agrícola aumentaram enormemente durante os últimos anos assim como diminuíram os fornecimentos disponíveis em resultado da diversão de fornecimentos para outros



mercados. Em virtude dos fornecedores de terra diatomácea deixarem de precisar do mercado agrícola como um consumidor do seu produto, os produtos de nitrato de amónio estão colocados numa posição de modo crescente mas vulnerável e despendiosa. Uma necessidade, portanto, existe para uma substituição satisfatória para terra diatomácea como agente de revestimento de fertilizante.

Vários tipos de fertilizantes foram revestidos com diferentes materiais no passado para produzirem um produto de estabilidade melhorada. A ureia é geralmente revestida com argila de caulim ou é tratada com formaldeído para minorar a aglutinação. No entanto, o caulim, por causa do seu tamanho de partículas muito pequena é pulverulento. Por outro lado, o tratamento da ureia com formaldeído não proporciona um produto completamente satisfatório.

Os fertilizantes baseados em fosfatos tais como fosfato de amónio, superfosfato, fertilizantes homogêneos N-P-K e similares, que quando secam com teores de água muito baixos para reduzir as suas tendências de aglutinação, tornam-se completamente pulverulentos quando manipulados. O óleo combustível é frequentemente utilizado como um material para revestimento de superfícies com o fim de suprimir a criação de pó. Embora o óleo combustível apresente alguma actividade de supressão de pó, não é totalmente eficaz nesta função, e não é de boa utilização para uma substância produtora de energia.

Foram usados no passado materiais orgânicos como materiais de revestimento para partículas de fertilizantes. Assim, Choi, na Patente dos E.U. 4 259 102 dá a conhecer um polímero heterocíclico que pode ser usado como agente de revestimento de fertilizante. Iwao, Patente dos E.U. 3 660 070, mostra a utilização de polímeros com elevado peso molecular de vinilo e do tipo acrilato como um agente de revestimento. A Patente dos E.U. 3 388 990 proporciona um tipo muito semelhante de revestimento. Passmore, Patente dos E.U. 3 544 297 mostra polietileno, cloreto de polivinilo e poliácilonitrilo como materiais de revestimento. Haruhiro, Patente dos E.U. 3 475 154 dá a conhecer partículas de fertilizante revestidas com um revestimento de múltiplas camadas

-4-

dum termoplástico ou resina de termocura com o fim de proporcionar um fertilizante pouco solúvel na água. Nenhuma das referências precedentemente examinadas proporciona qualquer revelação de qualquer dos ingredientes usados no agente de revestimento do presente invento.

Hansen na Patente dos E.U. 3 223 518 dá a conhecer uma técnica para proporcionar um fertilizante de lenta libertação do tando um substrato de fertilizante em partículas com um revestimento de múltiplas camadas, sendo a camada exterior dum material hidrofóbico. A referência além disso revela o uso dum revestimento principal que pode ser qualquer substância escolhida num grupo extremamente vasto de compostos orgânicos. Hansen, descreve também que a maior característica do produto fertilizante e a sua durabilidade na água que é caracterizada pelos sólidos que ficam nos revestimentos exteriores insolúveis na água género capaça. Qualquer produto fertilizante que não apresenta esta característica, que inclui o produto do presente invento, presumivelmente está fora do âmbito da referência. Além disso, o produto fertilizante do presente invento não é um produto revestido com múltiplas camadas de libertação lenta com um revestimento exterior hidrofóbico. Ainda, adicionalmente, o produto da referência possui uma grande quantidade de material de revestimento, isto é, cerca de 7% em peso, ao passo que a quantidade de material de revestimento aplicado ao produto presente é na maior parte dos casos inferior a 0,1% em peso.

Bradley, na Patente dos E.U. 3 951 638 dá a conhecer um processo de produção de bolinhas que numa circunstância utiliza um composto organossilícico para impedir a recolha de pó pelas partículas do fertilizante. Consequentemente, a referência não mostra o revestimento das partículas do fertilizante com um material orgânico. Admitindo que o pó é um material inerte, o material orgânico parecerá servir como uma barreira à humidade, o que é um preceito contrário ao presente invento.

Hijfte na Patente dos E.U. 4 150 965 dá a conhecer o uso duma combinação de óleos alquilaminamínical como um agente de revestimento para fertilizante de nitrato de amónio. A referência



revela um processo de revestimento em três etapas, ao passo que o presente processo é geralmente um modo operativo de revestimento numa etapa. No processo da referência um fertilizante contendo nitrato de amónio é tratado com a alquilamina enquanto relativamente quente, isto é, pelo menos 5º acima do ponto de fusão da amina ou mistura contendo a amina. De facto, a referência revela que as bolinhas a 50ºC não podem ser revestidas satisfatoriamente, enquanto que no presente invento, por outro lado, podem ser realizados revestimentos superiores para nitrato de amónio a temperaturas inferiores a 38ºC. Uma outra revelação da referência que é contrária ao presente invento é que alquilamina não-adulterada pode ser adicionada ao fertilizante na primeira etapa do processo. Isto é, a amina não pode ser pré-misturada com um outro composto se devem ser obtidos resultados aceitáveis. No presente processo, a amina é, de facto, pré-misturada com um outro reagente, isto é, um fluido<sup>de</sup> silicone, antes da aplicação às partículas do fertilizante. Uma outra diferença entre a revelação da referência e o presente processo é que a referência não dá a conhecer o modo operativo do revestimento a ser eficaz sobre fertilizantes que não contêm um diluente. Os exemplos das operações da referência mostram fertilizantes que contêm um diluente. Uma necessidade, portanto, continua a existir para uma técnica de dotar fertilizantes em partículas, particularmente nitrato de amónio, com um material de revestimento melhorado.

Consequentemente, um objecto do presente invento é proporcionar um revestimento protector a partículas de fertilizante que suprime acção de desempoar, minimize a aglutinação das partículas do fertilizante e colapso das bolinhas e torna a manipulação do fertilizante em partículas muito mais fácil.

Em poucas palavras, este objecto e outros objectos do presente invento como mais adiante se tornarão mais facilmente evidentes podem ser alcançados por meio dum substrato de partículas dotado com um revestimento protector do produto reaccional de pelo menos um composto de amina e uma siloxana. Num modo de realização preferido do presente invento o substrato de partículas é fertilizante de nitrato de amónio finamente granulado.



Uma apreciação mais completa do presente invento e muitos dos consequentes inconvenientes do mesmo serão facilmente obtidos quando o mesmo se torne melhor entendido por referência à descrição detalhada que se segue quando considerado em conjunção com o desenho anexo, no qual:

Figura 1 é um diagrama de funcionamento mostrando a mistura de ingredientes de revestimento e a aplicação do material de revestimento do presente invento.

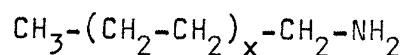
Qualquer material que deva ser bem sucedido como agente de revestimento para fertilizantes em partículas deve possuir diversas características desejáveis. O agente de revestimento deve ser compatível com o material do fertilizante, isto é, não deve provocar deterioração do fertilizante nem tornar este perigoso, que tem um interesse particular com nitrato de amónio. Visto que o fertilizante revestido é frequentemente manipulado por pessoal não protegido e é aplicado a terra de safra, o agente de revestimento deve ser não-tóxico. Em alguns casos onde um sal higroscópico está sendo revestido tal como no caso de nitrato de amónio, o fertilizante rapidamente absorve água do ar ambiente. Este tem como consequência aglutinação e colapso do fertilizante granulado. Consequentemente, um agente de revestimento aceitável deve substancialmente impedir ou eliminar absorção de humidade pelo fertilizante higroscópico em partículas. Um outro aspecto importante do revestimento é que o revestimento das partículas deve ser suficientemente uniforme para impedir contacto de partícula-a-partícula em áreas não revestidas das partículas. Se este tipo de contacto não é impedido durante a armazenagem do nitrato de amónio, deve resultar aglutinação das partículas do fertilizante como se dá ligação entre partículas onde existe insuficiente material de revestimento para impedir que superfícies expostas das partículas contactem umas com as outras. As matérias primas para o agente de revestimento deve ser um abastecimento abundante de maneira que o produto fertilizante revestido em volume não é impedido. O agente de revestimento deve ligar-se firmemente às partículas do fertilizante desde o momento em que aplicado até o fertilizante revestido ser aplicado na terra de safra.



Outras características benéficas que o agente de revestimento deve possuir, mas que não são essenciais, são que o custo dos ingredientes numa base por tonelada de fertilizante deve ser razoável e que este deve ser capaz de ser facilmente manipulado sob o ponto de vista operativo. No entanto, em relação a ambos estes factores, alguma despesa e inconveniência possa ser tolerada, conquanto ser produzido um produto fertilizante revestido superior.

O agente de revestimento do presente invento foi julgado satisfazer todas as características precedentemente descritas. O presente agente de revestimento é o produto reaccional duma amina e uma siloxana polimérica.

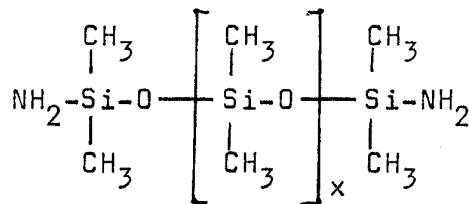
O componente de amina da presente composição de revestimento é um material que é semisólido ou sólido à temperatura ambiente. A amina deve fundir a uma temperatura de cerca de 43°C a cerca de 93°C e não se deve decompor a estas temperaturas. Aminas convenientes compreendem aminas primárias, secundárias e terciárias de cadeia linear e ramificada contendo 12 a 18 átomos de carbono como igualmente aminas contendo radicais cíclicos de hidrocarbonetos. Aminas cíclicas saturadas e poliaminas saturadas podem também ser utilizadas desde que possuam as propriedades físicas precedentemente desejadas. Misturas de amina podem também ser usadas, e de facto, aminas gordas de cadeia comprida quando obtidas industrialmente são frequentemente uma mistura de compostos de amina e sais inteiramente convenientes para uso no presente invento. Amina contendo hidrocarbonetos não saturados e radicais de hidrocarbonetos aromáticos devem ser evitados quando revestindo os similares de nitrato de amónio por causa do perigo crescente de formação de composições perigosas. Isto é substancialmente muito menos dum factor quando devem ser revestidos substratos relativamente menos perigosos. Uma composição de amina mais preferida é uma mistura de aminas com a fórmula:



na qual x é 6, 7 e 8. Esta mistura particular é caracterizada como se segue:

- a) Sólida a 24°C
- b) Ponto de fusão (°C): 49-54°C
- c) Ponto de congelação (°C): 43°C
- d) Gravidade específica (150/60), g/cm<sup>3</sup> 0,794
- e) Viscosidade (66°C) cp: 3
- f) Incolor
- g) 97% de pureza

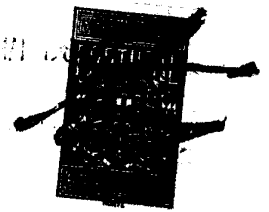
O reagente de siloxana utilizado como o outro componente da composição de revestimento deve ser um material que seja ligeiramente viscoso à temperatura ambiente ou, se de peso molecular mais elevado, deve fundir dentro da mesma gama de temperatura como a amina. Alternativamente, a siloxana sólida deve ser tal que se funda e se mistura homoganeamente com o reagente de amina acima da gama de temperatura de cerca de 43°C a cerca de 93°C. Siloxanas convenientes são aquelas que contêm alquilo inferior, alcoxi inferior e alquilamino de substituição. A siloxana é de preferência amina substituída, e pode ser poliamina substituída. A siloxana não deve ser uma hidroxil siloxana. A extensão das siloxanas empregáveis, no entanto, inclui siloxanas com estruturas cíclicas. Uma siloxana preferida é polidimetil siloxana substituída por amido com a estrutura seguinte:



na qual x tem um valor tal que a siloxana tem as seguintes características:

- a) Fluida a 24°C
- b) Gravidade específica (75/75), g/cm<sup>3</sup>: 0,985
- c) Viscosidade (24°C) cp: 53
- d) incolor
- e) 100% de pureza

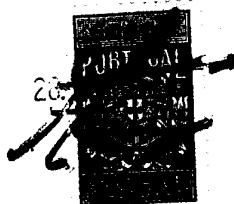
Uma característica dominante da mistura amina-siloxana é que deve ser uma mistura homogênea com uma viscosidade com menos de 10 centipose em condições de temperatura operatórias.



Os ingredientes de revestimento de amina e siloxana podem ser aplicados a partículas de fertilizante por meio de qualquer processo que é industrialmente aceitável para dotar as partículas com um revestimento uniforme e aceitável do agente de revestimento sobre as partículas do fertilizante. Tanto os modos operatórios por fracções e contínuo podem ser usados para misturar os ingredientes da presente composição. Visto que a amina usada é mais frequentemente sólida às temperaturas ambientes, é geralmente aquecida até uma temperatura suficiente para liquifazer a mesma. A gama de temperaturas de 54º-93ºC geralmente é suficiente para liquefazer a amina. A amina é em seguida misturada com a siloxana na quantidade desejada durante um tempo suficiente para se obter uma mistura homogênea. A mistura pode ser feita num simples depósito agitado, num misturador estático em linha ou outro tal dispositivo similar suficiente para preparar uma mistura homogênea dos dois ingredientes. O dispositivo misturador como também todos os aparelhos de produção, evidentemente, devem ser feitos de materiais que não sejam corroídos pelos reagentes. A quantidade de material misturado preparado deve ser suficiente para revestir uma dada quantidade de partículas de fertilizante até uma dada profundidade de agente de revestimento.

A quantidade de amina combinada com o reagente de siloxana pode variar numa certa gama com a exigência essencial de ser uma relação de reagentes que produza uma composição de revestimento com as características mencionadas precedentemente. Uma gama de vasta relação dos dois reagentes pode ser usada com uma relação amina:siloxana aceitável estendendo-se de 5/95 a 95/5. Relações para cada lado destes limites podem ser usados, no entanto, não há vantagens de ganhos por exceder estes limites. Uma gama operatória mais preferida é uma gama de relações de amina:siloxana de 70:30 a 90:100.

A mistura de revestimento preparada pode ser usada imediatamente ou pode ser armazenada para uso posterior. A natureza da mistura de revestimento é tal que o pessoal manipulando o produto deve usar um conveniente revestimento protector enquanto se manipular o reagente. De preferência, a mistura de revestimento



é armazenada durante apenas poucos dias sob a forma fundida visto que a temperaturas elevadas (ambiente precedente) é fomentada a polimerização. Se a mistura de revestimento deve ser armazenada durante um período de tempo superior a alguns dias, a mistura deve ser solidificada por refrigeração, e em seguida novamente fundida antes de utilização. É preferida a armazenagem em atmosfera inerte dum gás tal como azoto.

Qualquer das misturas de revestimento do presente invento ~~em~~ o reagente de amida, se deve deixar entrar em contacto com nitrato de amónio quente fundido. Em virtude da amina ser um material orgânico, o contacto da amina com nitrato de amónio quente podia produzir uma situação potencialmente perigosa. Por esta razão, todos os derramamentos e nitrato de amónio residual com revestimento aplicado devem ser adequadamente dispostos e não reciclados para a instalação de nitrato de amónio. Para materiais fertilizantes que não estão sob esses constrangimentos perigosos, estas precauções podem ser reduzidas ou eliminadas.

Devem também ser tomadas precauções na manipulação dos reagentes siloxana e amina antes de serem combinados para formar a mistura de revestimento. Altas temperaturas e exposição ao ar e humidade promovem a polimerização da siloxana. Consequentemente, o reagente siloxana deve ser armazenado sob uma atmosfera inerte tal como azoto e a uma temperatura que não excede 43°C. Deve ser usado cuidado na manipulação de fluido de amina quente e portanto o uso de roupa protectora é aconselhado. Contacto prolongado da pele com a amina pode resultar em dermatite. A decomposição lenta da amina pode dar-se se a amina é aquecida a uma temperatura significativamente acima de 93°C e consequentemente, a amina deve ser armazenada a uma temperatura não superior a esta temperatura. Visto que as aminas são capazes de absorver anidrido carbónico da atmosfera, a amina deve também ser armazenada sob uma atmosfera inerte.

As características químicas das siloxanas são tais que são humidade e oxigénio sensitivo pelo facto das siloxanas endurecerem após exposição no mesmo. Consequentemente, a siloxana deve ser armazenada sob uma atmosfera de gás inerte. De facto,



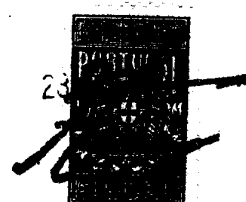
-11-

a mistura da amina e siloxana deve ser manipulada sob uma atmosfera de gás inerte, e à medida que a mistura está sendo aplicada ao substrato em partículas a ser revestido.

A mistura de revestimento uma vez preparada e pronta para utilização está no estado líquido. A mistura pode ser aplicada ao fertilizante em partículas por meio de qualquer processo aceitável e razoável de aplicação dum líquido a um substrato sólido em partículas em elevadas quantidades de volume comercial. Geralmente, a mistura aquecida é aplicada por tais técnicas como pulverização, rolamento sobre películas, pulverização da mistura líquida por cima dum tambor rotativo sobre o qual as partículas do fertilizante são deitadas gota a gota e similares. A mistura de revestimento deve ser conservada a uma temperatura suficientemente alta de maneira que a mistura de revestimento permaneça líquida durante a aplicação às partículas fertilizantes. Uma temperatura dentro da gama de cerca de 54° a cerca de 93°C, de preferência 65°C-82°C é suficiente para manter a mistura fundida. Ao contrário em alguns processos de revestimento não é necessário aquecer as partículas fertilizantes. No caso do fertilizante de nitrato de amónio, o produto em partículas quando obtido da produção está a uma elevada temperatura. Sob o ponto de vista de produção, o produto de nitrato de amónio em partículas pode ser convenientemente revestido embora a uma temperatura da ordem de 31°C-35°C. A natureza da mistura de revestimento é tal que pode ser facilmente aplicada ao fertilizante de nitrato de amónio com uma temperatura da ordem de 16° a 110°C.

Nenhuma dificuldade qualquer que seja o processo utilizado para revestir as partículas do fertilizante, o único factor relativamente fundamental em relação ao tempo de contacto do agente de revestimento liquefeito com as partículas é que o contacto deve ser apenas bastante longo para se obter um revestimento uniforme. Quando é usada a técnica de revestimento por rolamento, as partículas devem unicamente rolar a distância suficiente para se obter um revestimento uniforme das partículas.

No caso do revestimento ser aplicado a partículas frias, não é necessário arrefecimento adicional. No caso de nitrato de

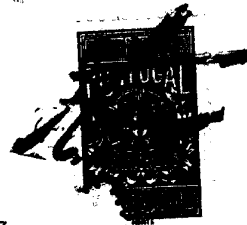


amónio pode ser utilizado arrefecimento por convecção forçada, mas não é necessário. O arrefecimento das partículas, no entanto, ajuda a solidificação do agente de revestimento aplicado. O agente de revestimento deve solidificar pela condução de calor para longe do revestimento pelo substrato do fertilizante subjacente relativamente mais frio quando as partículas do fertilizante foram arrefecidas para dentro da gama de temperaturas preferidas. Se é empregado o arrefecido por convecção das partículas revestidas, deve tomar-se cuidado de não arrefecer as partículas tão depressa que o agente de revestimento não tenha o tempo suficiente para uniformizar o revestimento das partículas.

As condições de revestimento são tais que o peso de revestimento aplicado é o que proporciona um revestimento suficientemente protector. Geralmente, uma quantidade da ordem de 0,005 a 0,20% em peso é suficiente para dar bons resultados, com uma quantidade mais preferida da ordem de 0,01-0,05% em peso. Se o revestimento é inferior a 0,005% em peso, as partículas podem não ser revestidas com uma quantidade suficiente de agente de revestimento para proporcionar um revestimento uniforme com as necessárias características precedentemente descritas. Se o agente de revestimento é aplicado numa quantidade excedendo 0,20%, sofrem-se custos adicionais sem que quaisquer outros benefícios sejam realizados.

O agente de revestimento do presente invento pode ser utilizado para revestir materiais diferentes de fertilizantes. Na verdade, exactamente em volta de qualquer material sólido em partículas que tenha uma tendência para se aglutinar pode ser revestido. O sólido a ser revestido deve ser compatível com o agente de revestimento.

A FIGURA e um diagrama de funcionamento dum modo de realização do processo pelo qual o presente material de revestimento amina-siloxana pode ser aplicado a um substrato em partículas. Os recipientes 1 e 3 são vasos de armazenagem para os reagentes de amina e siloxana respectivamente da presente composição de revestimento. Ambos os reagentes são bombados numa atmosfera de gás inerte por meio de bombas 5 e 7 através dos tubos 9 e 10 pa-



ra dentro do tanque de mistura 13. Após a mistura dos ingredientes, a mistura é bombada por meio da bomba 15 através do tubo 17 para dentro do tanque de armazenagem do agente de revestimento 19. Os tanques 1, 3 e 13 são dotados com tubos 2, 4 e 6 respectivamente para recirculação do ingrediente líquido dos mesmos, se tal recirculação é desejada. Os ganhos de nitrato de amônio proveniente do tubo 21 são enviados para o tambor de revestimento 23. Simultaneamente, o agente de revestimento é retirado do tanque de armazenagem 19 por meio da bomba 25 e pulverizado dentro do tambor de revestimento 23 através do tubo 27 onde as bolinhas de fertilizante são revestidas com o agente. As bolinhas de nitrato de amônio são retiradas do tambor.

Tendo-se descrito na generalidade o presente invento uma compreensão adicional por ser obtida por referência a certos exemplos específicos que são aqui fornecidos para fins de esclarecimento unicamente e não são destinados a serem limitadores salvo especificação em contrário.

#### EXEMPLO I

Granulos de nitrato de amônio pulverizados com uma mistura de 70 partes em peso duma mistura de amina gorda de cadeia comprida descrita precedentemente e 30 partes em peso da polidimetil siloxana substituída por amino descrita precedentemente até um nível de revestimento de 0,03% em peso da mistura foi aplicado aos granulos. O revestimento foi aplicado aos granulos a uma temperatura de 82°C. Os granulos estavam a uma temperatura de 31°C quando foram revestidos. Os granulos revestidos foram preparados em apenas 15 minutos.

Por meio do modo operatório conhecido, os granulos de nitrato de amônio foram revestidos com terra diatomácea. Os granulos revestidos foram em seguida submetidos aos testes indicados no Quadro I a seguir, e os resultados obtidos são também indicados no quadro.

Os vários testes pelos quais os granulos revestidos foram caracterizados são os seguintes:



A. Teste de Dureza em Peneira de Esferas durante 24 horas (D.P.E.)

Uma amostra de 100 g de granulos de malha -8 a +10 foi colocada sobre uma peneira de malha 12. Cento e vinte esferas de aço, tendo cada uma 9,5 mm de diâmetro foram colocados sobre a peneira e a peneira mais particulas e esferas foram agitados num Ro-Tap durante 15 minutos. A quantidade de material de malha -12 produzido foi medido. A percentagem de granulos que ficaram inteiros e a medida de dureza. Este teste mede a resistência ao impacto dos granulos. Quanto maior for o índice mais fortes serão os granulos.

B. Teste de Dureza por granulo Unico (D.G.U.)

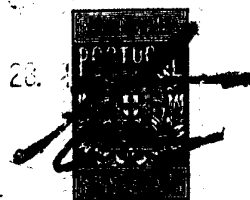
Duma amostra de granulos revestidos de malha -8 a +10, foram escolhidas ao acaso 10 granulos. Cada granulo foi sujeito a uma força compressiva até se partir. A força média de fractura necessária para partir os granulos foi registada em  $\text{kg/cm}^2$ . Este teste mede a resistência do granulo ao esmagamento por meio duma carga suportada, não por choque.

C. Teste de deformação

Uma amostra de 75 ml de granulos revestidos foi sujeita num cilindro de metal a uma pressão constante de  $38,660 \text{ kg/cm}^2$  durante 5 minutos. O volume antes e depois da compressão foi determinado para dar o valor da deformação, calculado em percentagem. O grau de aglutinação foi subjectivamente determinado baseado na dificuldade de remover a amostra de cilindro. A escala estende-se como se segue; (1) nenhuma, (2) muito ligeira, (3) ligeira, (4) moderada, (5) forte e (6) muito forte. Este teste mede a tendência do fertilizante em granulos para se aglutinar por deformação plástica e/ou adesão capilar.

D. Teste de aglutinação em 24 Horas

Uma quantidade de 300 g de granulos de fertilizante revestidos foi submetida num cilindro especialmente concebido a cerca de  $3,16 \text{ kg/cm}^2$  durante 24 horas. A violência de aglutinação foi determinada por gradualmente se aumentar a pressão sobre o cilindro após remoção dum tampão roscado do fundo. A pressão necessá



ria para forçar o material através deste orifício foi tomada como o índice de aglutinação. Este teste é uma medida de tendência para aglutinação duma amostra de fertilizante com um resultado de estar sujeita a deformação plástica e capilaridade.

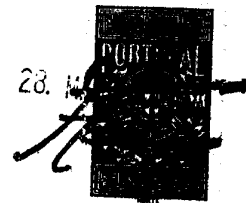
#### E. Teste de atrito

Uma quantidade de 400 g de granulos revestidos estendendo-se em tamanho de malha-8 a +10 foi accionada através dum transportador por parafuso de laboratório (57,2 mm de diâmetro, 812,800 mm de comprimento) seis vezes com um ajustamento de 40 rpm. Foi soprado ar seco através do aparelho depois da última passagem para remover todos os pequenos fragmentos e poeira. Toda a amostra foi em seguida colocada sobre uma peneira de malha 14 e a peneira mais amostra do material foram agitadas num agitador Ro-Tap durante 14 minutos. O material sobre a peneira inferior a malha 14 foi pesado e calculado como a percentagem em rebarbas. O valor obtido foi usado como o valor do atrito. Este teste mede a friabilidade dos granulos ou a tendência dos mesmos para se desintegrarem como resultado do atrito.

#### F. Teste de aglutinação acelerada

Uma amostra de 285 ml de produto de nitrato de amónio revestido foi colocada num cilindro designado para permitir a exposição do espécime às condições ambientes. O produto foi comprimido sob uma pressão de 0,281 kg/cm<sup>2</sup> e mantido a uma temperatura de 32°C e uma ciclagem de humidade relativa desde um máximo de 60% do lado molhado a 25% do lado seco.

Os ciclos molhados foram de 24 horas de duração com os ciclos secos que se seguiram de 12 horas de comprimento com excepção do ciclo seco final que foi de 24 horas. A amostra de fertilizante aglutinado foi retirada do cilindro, colocada sobre um ensaiador de compressão e sujeita a aumento gradual de pressão até fractura do aglutinado. A pressão foi registada neste ponto. Quatro réplicas das amostras foram ensaiadas através do teste e as amostras foram comparadas às amostras duplicadas do material de referência (geralmente bolinhas de nitrato de amónio revestido com terra diatomácea). O índice de aglutinação foi calculado



como a relação da pressão média de ruptura dos espécimes com interesse para a media das amostras de referência duplicadas; ou como a percentagem de resistência à ruptura da referência. Este teste mede a tendência à aglutinação dum amostra de fertilizante como resultado de atravessamento do cristal ou ligação de grânulos por causa da absorção de humidade, migração de humidade e recristalização de sal sob pressão moderada.

#### G. Teste de combustão I.F.I.

Uma amostra com 0,453 kg de produto de nitrato de amónio foi misturada com um saco de papel Kraft de 36 kg cortado em quadrados de cerca de 50,8 mm. A mistura foi colocada sobre uma plataforma em grade dentro da câmara de combustão com 400 mm de diâmetro descrita no modo operativo oficial de "The Fertilizer Institute" para classificação de nitrato de amónio. 4,5 kg de madeira de pinho macia, peças de 12,7 x 50,8 x 203,2 mm, empilhadas à vontade no espaço por baixo dum grelha de fogo, foram inflamados por meio dum espoleta de caminho de ferro normalizada sob o centro da pilha de madeira. Quando o calor atingiu uma intensidade tal que o nitrato de amónio começou a gotejar sobre as chamas, a porta de fogo foi fechada, a parte superior da câmara de combustão foi coberta e a sugidade foi empilhada em volta da porta de fogo. Este modo operativo deixa unicamente o nitrato de amónio como a fonte de oxigénio. Este teste é utilizado para o fim de determinação de como o nitrato de amónio deve ser classificado para acondicionamento, embarque e armazenagem. Qualquer produto que apresentou um tempo de combustão de uma hora ou menos não pode ser descrito com um "fertilizante de nitrato de amónio" e está sujeito a rígidas restrições de transporte.

Os resultados dos testes precedentes sobre os grânulos de nitrato de amónio descritos precedentemente estão indicados no Quadro I.

QUADRO I

<u>Teste</u>	<u>Granulos revesti- dos com "Similene"</u>	<u>Granulos reves- tidos com T.D.</u>
Dureza por Peneira de Esfe- ras, /em percentagem 24 horas	74	100
Dureza de Granulo Único, kg/cm <sup>2</sup>	30	40
Deformação:		
- Percentagem de deformação	13,2	11,0
- Grau de aglutinação	Muito ligeiro	Forte
Agglutinação em 24 horas, kg/cm <sup>2</sup>	0	3,5
Atrito em percentagem	1,6	19,3
Agglutinação acelerada, kg	10,4	479
Teste de combustão T.F.I., min	77	151

EXEMPLO II

Dois dos testes que são muito importantes o teste de combustão T.F.I. e o Teste de Dureza por Peneira com Esferas em 24 horas. Destes dois testes, o mais fundamentalmente importante é o teste da combustão. O modo operatório do teste torna necessário que uma amostra de fertilizante de nitrato de amónio deve não arder em menos de 60 minutos. Se o tempo de combustão é superior a 60 minutos, então a amostra de fertilizante de nitrato de amónio pode ser classificada sob o ponto de vista de transporte como um material fertilizante. Pode ser embarcado a granel ou acondicionado em sacos pelo modo operatório habitual da indústria de fertilizantes. Se o tempo de queima é inferior a 60 minutos, no entanto, devem ser segundos modos operatórios especiais de acondicionamento e manipulação, todos os quais aumentam o custo do fertilizante e portanto são intoleráveis.



Numa operação antiga, amostras de granulado de nitrato de amónio revestidas com a combinação amina-óleo mineral dada a conhecer na Patente dos E.U. 4 150 965, foram sujeitas a alguns testes de peneiração; e embora dando bons resultados em alguns dos testes, nenhuma passou qualquer dos testes de combustão ou o Teste de Dureza por Peneira com Esferas.

O Quadro II a seguir apresenta dados de agentes de revestimento e resultados de testes para uma variedade de granulos de nitrato de amónio revestidos. Os resultados dos testes mostram que apenas duas amostras revestidas passaram no Teste de Combustão T.F.I., que são as particulas revestidas de siloxana mais amida e as particulas revestidas unicamente de siloxana. No entanto, os granulos revestidos unicamente com as siloxana apresentaram resultados muito fracos no Teste de Dureza por Peneira com Esferas. Além disso, as particulas revestidas apenas com o material de siloxana ficaram colantes durante várias horas depois de serem revestidas, isto é, até que estivesse terminada a reacção de polimerização lenta. Um tal produto revestido é inaceitável e pode ocasionar problemas de aglutinação quando o produto é carregado em sacos, carros de tremonha e similares imediatamente depois de ser revestido.

De todas as composições para particulas revestidas ensaiadas, apenas as particulas de nitrato de amónio revestidas com uma mistura de uma amina e uma siloxana dão bons resultados através do espectro de características ensaiadas. Este resultado foi inesperado e não era previsível.

Uma outra vantagem do agente de revestimento do presente invento é que pode ser obtido um revestimento satisfatório numa aplicação a um substrato em particulas, ao passo que para outros revestimentos tal como a combinação de óleo mineral-amina, os revestimentos tinham que ser aplicados em várias etapas para se conseguir um revestimento uniforme satisfatório.

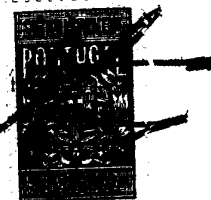
Ainda uma outra vantagem da presente composição de revestimento é que pode ser aplicada a bolinhas de fertilizante refrigerado, ao passo que um revestimento dum amina sozinha ou uma amina seguida por um outro agente de revestimento, tem que ser

62 692

Ref: 75-045-0

PORTUGAL

28. MAI



-19-

aplicado a bolinhas quentes. Isto complica o processo de revestimento visto que a amina é aplicada antes das bolinhas serem refrigeradas. É portanto muito difícil de separar o sistema de revestimento da secção de síntese do nitrato de amónio.

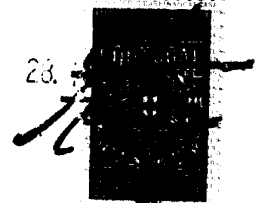
Uma outra consideração referente à revelação da técnica dada a conhecer na Patente dos E.U. 4 150 965 é que o tambor de revestimento especialmente designado deve ser utilizado para assegurar uma aplicação uniforme da amina. As características de circulação do presente agente de revestimento amina-siloxana são completamente diferentes daquelas da amina sozinha, e portanto não é necessário um tambor de revestimento não-convencional.

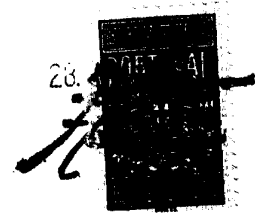
QUADRO II

	Amina-siloxana do Exemplo I	Amina + Oleo Mineral	Amina sozinha	Siloxana sozinha	Amina + Siloxana	Siloxana + Amina - Siloxana
<b>A. Dados sobre Agentes de revestimento</b>						
<b>1. Nomenclatura</b>						
a. 1º. componente	Mistura Amina/siloxana	Amina	Amina	Siloxana	Amina	Siloxana
b. 2º. componente	Nenhuma	Oleo mineral	Nenhuma	Nenhuma	Siloxana	Amina
<b>2. Nível de revestimento % em peso</b>						
a. 1º. componente	0,03*	0,03	0,03	0,03	0,02	0,01/0,03
b. 2º. componente	-	0,03	-	-	0,01	0,03
<b>B. Resultados de Testes**</b>						
<b>1. Peneira com Esferas 24 horas</b>	74	0	52	0	64	0
<b>2. Granulo único, kg/cm<sup>2</sup></b>	30	32,1	28,9	39,4	28,2	29,0
<b>3. Deformação:</b>						
a. % de Deformação	13,2	9,8	11,0	8,8	15,4	13,2
b. Grau de aglutinação	Muito li-geiro	ligeiro	nenhum	moderado	ligeiro	nenhum
<b>4. Aglutinação em 24 horas, kg/cm<sup>2</sup></b>	0	0	0	0	0	0
<b>5. % de Atrito</b>	1,6	1,1	NA	NA	NA	NA
<b>6. Aglutinação acelerada, kg</b>	10,4	10,5	4,2	25,9	3,3	54,6
<b>7. Teste de combustão T.F.I., min</b>	77	51	53	150	NA	57

\*Relação dos Componentes = 70/30 (Amina/Siloxana)

\*\*NA=Dados não disponíveis



EXEMPLO III

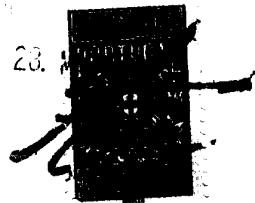
Os dados do Quadro III a seguir refletem a limitação referente à quantidade de agente revestimento, com a composição indicada no Exemplo I, aplicado aos granulos fertilizantes e as quantidades relativas de componentes de amina e siloxana do material de revestimento. O limite de revestimento mais baixo, preferido de 0,01% em peso, é preferido na base de manipulação prática da composição de revestimento, e não na base do verdadeiro comportamento do revestimento. A níveis de revestimento inferiores ao limite mais baixo preferido torna-se mais difícil assegurar revestimentos uniformes. O limite superior de 0,15% em peso é preferido por porque o custo do material de revestimento adicional aumenta mais depressa que os benefícios derivados de quantidades adicionais de agentes de revestimento e porque os granulos revestidos retêm uma humidade ou toque colante durante algum tempo depois do revestimento.

O valor da relação superior de amina para siloxana de 95:5 é preferido porque a quantidade de siloxano é suficiente para assegurar valores do Teste de Combustão T.F.I. aceitável. Um revestimento de amina sózinha não passa o teste de combustão. O limite inferior de 60:40 da amina para siloxana é baseado principalmente nos custos do material e comportamento no Teste de Aglutinação Acelerada como indicado no Quadro III.

QUADRO III

Relação Amina/ /Siloxana	Nível de aplicação, %	% D.P.E. em 24 horas	D.G.U. kg/cm <sup>2</sup>	Teste de aglu- tinação em 24 horas, kg/cm <sup>2</sup>	% Teste de Defor- mação; deforma- ção/aglutinação	Teste de aglu- tinação acele- rada, kg
95/5	0,005	15	33,2	0	8,8/circulação livre	11
	0,05	62	39,9	0	11,0/circulação livre	0
	0,2	82	40,6	0	11,0/circulação livre	0
80/20	0,075	13	27,9	0	11,0/circulação livre	8
	0,10	50	31,1	0	11,0/circulação livre	NA
	0,15	57	33,8	0	11,0/circulação livre	NA
75/25	0,005	6	46,0	0	15,4/muito ligeira	5
	0,05	27	37,0	0	13,2/circulação livre	6
	0,2	80	41,6	0	15,4/muito ligeira	10
55/45	0,005	9	35,1	0	13,2/muito ligeira	54
	0,05	75	34,2	0	15,4/muito ligeira	21
	0,2	89	39,3	0	15,4/muito ligeira	10
30/70	0,005	91	35,4	0,140 kg/cm <sup>2</sup>	13,2/muito ligeira	58
	0,05	97	37,3	0	11,0/circulação livre	22
	0,2	92	40,6	0	11,0/circulação livre	6
5/95	0,005	17	45,5	0	6,6/circulação livre	39
	0,05	25	43,9	0	8,8/circulação livre	19
	0,2	87	44,1	0	8,8/circulação livre	13

NA = Dados não disponíveis



#### EXEMPLO IV

##### Resultados da instalação piloto

Cerca de 1000 toneladas de nitrato de amónio revestido com o agente de revestimento amina-siloxana do Exemplo I foram avaliadas no domínio de armazenagem. Os granulos de fertilizante revestidos com 0,03 e 0,06% em peso de agente de revestimento foram investigados. 100 toneladas de nitrato de amónio a granel foram armazenadas num armazém sem ar condicionado a temperaturas da meia gama de 26,6°C com elevada humidade durante cerca de 7 semanas. O granulado armazenado no fim deste período estava em excelentes condições. Por outro lado, é sabido que as partículas de nitrato de amónio revestidas com terra diatomácea começam a declinar rapidamente após cerca de três semanas num tal ambiente.

Alguns do material de teste foi transportado por camiões pneumáticos a granel para um negociante MCC. O material não carregou muito facilmente sem a pesada característica de desempoeiramento das partículas de nitrato de amónio revestidas com terra diatomácea.

Carros de 100 toneladas com tremonha a granel foram utilizadas para transportar algumas das partículas de teste revestidas. Os carros estiveram em trânsito durante cerca de 2 semanas durante os quais foram sujeitos a tempo quente com sol em cheio a maior parte do tempo. Não foram encontrados quaisquer problemas ao descarregar os carros no seu destino. Quando os granulos de nitrato de amónio revestidos com terra diatomácea são transportados nestas condições formam-se pesadas massas informes e aparecem aglutinações ao longo das paredes da tremonha.

#### EXEMPLO V

O Quadro IV a seguir mostra os resultados obtidos revestindo fertilizante granular N-P-K com o agente de revestimento do Exemplo I.

QUADRO IV

<u>Amostra</u>	<u>ppm de poeira desenvolvida</u>
Fertilizante N-P-K não revestido	53
Fertilizante N-P-K revestido com 0,25% em peso de óleo	4
N-P-K revestido com 0,05% em peso de amina-siloxana	12
N-P-K revestido com 0,25% em peso de amina-siloxana	19

Os resultados precedentes mostram que o agente de revestimento do presente invento proporciona um revestimento eficaz com supressão de poeira.

EXEMPLO VI

O Quadro V a seguir mostra os resultados obtidos após revestimento de ureia em particulas impregnadas com formaldeido com o presente agente de revestimento de amina-siloxana em comparação com particulas de ureia não revestidas impregnadas com formaldeido e particulas de ureia não-impregnadas revestidas com 3% de revestimento de argila.

QUADRO V

<u>Amostra</u>	<u>Teste de aglutinação em 24 Horas</u>	<u>Teste de Deformação %/º</u>
Ureia não revestida	2	15,4/ligeira
Ureia revestida com amina-siloxana*	0	16,5/ligeira
Revestimento na Ureia de 3% de argila	55	15,4/forte

\* Relação amina/siloxana 90/10 a nível de revestimento de 0,02%.

Os resultados da aglutinação com as particulas revestidas pelo reagente de amina-siloxana são impressionantes, especialmente em contraste com ureia revestida de argila.

Estudos de Estabilidade sobre Granulos de Nitrato de Amônio  
Revestidos

A. Resultados dos Testes de Combustão sobre nitrato de amônio  
revestido de Amina-Siloxana

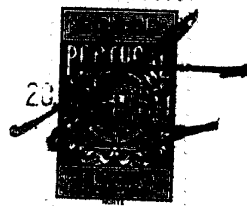
Oito amostras de nitrato de amônio em particulas revestidas com a composição do Exemplo I de revestimento de amina-siloxana foram submetidas ao teste de combustão descrito na Secção 4,0 "Definição e Modos Operatórios do Teste para Fertilizante de Nitrato de Amônio" publicado pelo Instituto de Fertilizantes, em 16 de Janeiro de 1973, as Amostras 1 a 3 tinham um revestimento de 0,06% em peso, ao passo que as amostras 4-8 tinham um revestimento de 0,03% em peso. Os resultados estão indicados no Quadro VI.

QUADRO VI

<u>Amostra Nº.</u>	<u>Tempo de combustão</u>	<u>Peso do Resíduo</u>
1	1 hora e 40 min.	3,730 kg
2	59 min.	0
3	54 min.	0
4	2 horas e 23 min.	0
5	1 hora e 27 min.	0
6	58 min.	0
7	2 horas e 40 min.	19,705 kg
8	1 hora e 13 min.	0

B. Armazenagem a granel de Granulos de Nitrato de Amônio Revestidos

Quatro pilhas de 100 toneladas de particulas de nitrato de amônio revestidas com o agente de revestimento do Exemplo I foram armazenadas. Uma pilha (0,06% em peso) foi armazenada durante 11 semanas ao passo de as restantes três pilhas (uma pilha com um revestimento de 0,06% em peso, enquanto que as restantes duas pilhas tinham um revestimento de 0,03%) foram armazenadas durante 5 semanas. As últimas três pilhas estavam em excelentes condições após as 5 semanas. A pilha de nível 0,06% em peso tinha uma crosta superficial mole com a profundidade de 1-2 granu-



los, composta por granulos secos e inchados. Por baixo da crosta o nitrato de amónio apresentava uma ligeira sedimentação que se estendeu a todos os granulos empregando uma força mínima. As duas pilhas de 0,03% em peso tinham uma crosta mole com 6,5 mm ou menos, composto por granulos ligeiramente doces e inchados. Havia apenas uma ligeira sedimentação sob a crosta. Havia pequenas diferenças em características de armazenagem de todas as pilhas. Todas as três pilhas com 5 semanas estavam secas, apesar de armazenagem em condições húmidas e água estacionária sobre o pavimento do armazém.

As pilhas com 11 semanas de existência tinham uma crosta superficial mole de 12,7 a 25,4 mm. A formação da crosta pode ter sido provocada por poeiras do nitrato de amónio e terra diatomácea sobre a superficie da pilha resultante da empilhagem a partir duma correia transportadora aérea. Sob a crosta, o nitrato de amónio tinha apenas um ligeiro sedimento. O carregador do armazém tirou uma pazada da pilha, e transferiu o nitrato de amónio para um mecanismo de carga exterior. A acção do carregador desmantelou o conjunto da pilha de modo que a maior parte do nitrato de amónio da pazada ficou em escoamento livre. Os bolos moles que ficaram não apresentaram qualquer problema para o maquinismo de carga exterior. O nitrato de amónio revestido do presente invento foi carregado sobre um camião com espalhador de espera com um desempoeiramento mínimo. O carregador partiu ao meio a pilha com nível de 0,06% tendo 11 semanas de existência. A secção que tinha sido deslocada para o lado dividiu-se em granulos secos de escoamento livre. O material para o centro da pilha era tão bom como aquele da borda, com nenhuma concentração de pequenos fragmentos digna de nota.

Uma pilha com 2 semanas de existência de granulos revestidos com terra diatomácea no armazém começou a formar grandes bolos. O nitrato de amónio estava húmido ao toque à superficie, assim em comparação desfavorável com o produto do presente invento. As amostras revestidas do presente invento foram caracterizadas pela sua baixa humidade e teor de finos fragmentos. Uma amostra tinha presentes 5,9% de finos fragmentos; esta amostra foi recolhida por uma prova de cravação, que pode ocasionar

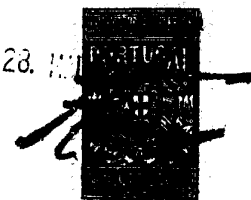


a criação de finos fragmentos. Uma amostra tirada do centro da pilha tinha apenas 3,4% de finos fragmentos. Por outro lado, numa típica revestida com terra diatomácea da mesma área de armazenagem, finos fragmentos vão-se concentrando para o centro da pilha. Não é não habitual encontrar 10-15% de finos fragmentos no centro duma pilha de nitrato de amónio revestido com terra diatomácea.

O produto revestido do presente invento apresenta valores de dureza de grânulo único de 17-18 kg/m<sup>2</sup>. Estes valores não dinuem apreciavelmente durante a armazenagem. A amostra com terra diatomácea tinha uma D.G.U. de 23 kg/cm<sup>2</sup>, que deve ser considerada um baixo valor baseado em experiências anteriores. Cada amostra tinha um baixo valor de Dureza por Peneira com Esferas (75 esferas) excepto para a amostra tirada do centro da pilha de partículas revestidas com amina-siloxana.

#### Identificação das Amostras para Quadro VII

1. 0,06% de produto forte em 7/20/82; amostra tirada a 76,2 mm do pavimento.
2. 0,06% de produto feito em 6/17/82; amostra tirada a 76,2 mm do pavimento, com prova de cravação.
3. Amostra como amostra #2; bolo tomado da pilha.
4. Amostra como amostra #2; amostra tirada do meio da pilha, após o carregador se ter deslocado através da pilha.
5. 0,03% do produto feito em 7/20/82; amostra tirada a 76,2 mm do pavimento.
6. 0,03% do produto feito em 7/20/82, amostra tirada a 76,2 mm do pavimento.
7. Pilha de referência revestida com T.D.; amostra tirada a 38,1 mm abaixo da superfície.

QUADRO VII

Amostra #	Duração de armazena- gem		% finos fragmen tos	Dureza por Gra nulo Único (kg/cm <sup>2</sup> )	Dureza por Pe neira de Esferas (75 Esfe ras)	Teste de atri to % de finos fragmentos
		% H <sub>2</sub> O				
1	5 semanas	0,19	2,0	23,7	2	-
2	11 semanas	0,20	5,9*	22,5	2	-
3	11 semanas	0,11	2,9	25,7	0	-
4	11 semanas	0,17	3,4	27,6	67	4,0
5	5 semanas	0,17	1,2	17,3	0	4,3
6	5 semanas	0,17	1,6	24,4	2	4,5
7	2 semanas	0,19	3,2	22,9	1	-

\* Amostra tirada com prova de cravação

C. Resultados de Adicional Armazenagem de Nitrato de Amónio Revestido

1) Sacos contendo granulos de nitrato de amónio revestidos com 0,03% em peso de mistura de amina-siloxada do Exemplo 1 e armazenados desde 1 de Junho de 1982 foram retirados da primeira camada da parte superior exterior dum estrado de carga. Os sacos continham 6,35-16,7 mm da totalidade do pó de nitrato de amónio adoçado sobre a face exposta. Estes granulos tinham sido afectados por ciclagem de temperatura próximo do tecto do armazém. O saco continha todo, granulos de nitrato de amónio com escoamento livre por baixo da porção adoçada. A desintegração dos granulos não se dava com outras camadas da parte superior exterior do estrado de transporte. Os sacos remanescentes da parte superior exterior tinham um ligeiro sedimento que se desprendia quando manipulado, e continham uma pequena quantidade de bolos muito moles como se mostra no apêndice do Quadro VIII.

A quantidade de aglutinação aumentou ao meio do estrado de transporte. Estes bolos eram muito moles e partiam-se quando



manipulados. A maior parte de aglutinação foi vista na base do estrado. Os bolos eram muito moles na base do estrado até ser atingida a nona camada (antes da última). Nesta camada, os bolos eram uma mistura de aglutinação mole e moderada.

QUADRO VIII

<u>Estrado/Camada</u>	<u>Número de sacos com amostras</u>	<u>% de Aglutinação</u>	<u>Dureza do bolo</u>	<u>% de fragmentos</u>
1ª. parte superior exterior	2	-	-	1,2
3ª. parte superior exterior	2	1,8	muito mole	0,8
5ª. parte superior exterior	2	1,0	muito mole	1,1
3ª. do meio	2	7,5	muito mole	0,8
7ª. do meio	2	18,5	muito mole	0,7
2ª. da base	2	44,3	muito mole	1,0
5ª. da base	3	18,7	muito mole	-
9ª. da base	4	36,8	(2/3 moderada; 1/3 mole)	-

<u>Estrado/Camada</u>	<u>Dureza por Granulo Único (kg/cm<sup>2</sup>)</u>	<u>Dureza por Peneira com esferas (75 esferas)</u>
3ª. da parte superior exterior	22,4	0
3ª. do meio	19,5	7
2ª. da base	26,6	0

2) Sacos contendo granulos de nitrato de amônio revestidos com 0,06% em peso da mistura de revestimento amina-siloxana do Exemplo I e armazenados desde 17 de Junho de 1982, que foram retirados da primeira camada da parte superior exterior tinha 38,1 - 50,8 mm de nitrato de amônio em pó e molemente aglutinado ao longo da face exposta. Apenas 12,7 mm da parte superior esta



va em pó, o resto aglutinado. Por baixo da porção aglutinada, os granulos estavam todos e com escoamento livre. A desintegração dos granulos foi apenas observada na primeira camada da parte superior exterior. Havia uma grande quantidade de aglutinação por todos os restantes sacos da parte superior exterior. A dureza do bolo variava de mole a moderado como indicado no Quadro IX a seguir.

A quantidade de aglutinação que ficou por cima por todo o meio e base do estrado, era da ordem de 36-74% em peso. Os bolos eram de dureza moderada. Uma pessoa teria levado bastante tempo a esvaziar estes sacos para dividir os bolos.

Este material foi produzido na segunda hora do teste na instalação em 17 de Junho, e havia importantes quantidades de T.D. sobre os granulos. Também, foi verificado um leve cheiro a amoníaco à medida que os sacos eram contados e abertos. Estes factores deviam afectar desfavoravelmente a armazenagem.

Quadro IX

<u>Estrado/camada</u>	<u>Número de sacos com amostras</u>	<u>% aglutinação</u>	<u>Dureza do bolo</u>	<u>% de finos fragmentos</u>
1 <sup>a</sup> . da parte superior exterior	2	50,3	mole	1,4
3 <sup>a</sup> . da parte superior exterior	2	68,3	(2/3) moderada; (1/3) mole	1,0
5 <sup>a</sup> . da parte superior exterior	2	52,7	(2/3) moderada; (1/3) mole	-
3 <sup>a</sup> . do meio	2	43,7	moderada	-
7 <sup>a</sup> . do meio	2	66,4	moderada	-
2 <sup>a</sup> . da base	2	52,5	moderada	-
5 <sup>a</sup> . da base	2	73,9	moderada	-
9 <sup>a</sup> . da base	2	36,4	moderada	-

**Nota:** O nitrato de amónio foi produzido na segunda hora do teste da instalação. Havia uma grande quantidade de terra diatomácea sobre o material, que devia desfavoravelmente afectar a armazenagem.

-31-

<u>Estrado/camada</u>	<u>Dureza por Granulo Unico (kg/cm<sup>2</sup>)</u>	<u>Dureza por Peneira com Esferas (75 esferas)</u>
3ª. da parte superior exterior	28,2	1
3ª. do meio	21,7	2

3) A primeira camada de sacos da parte superior exterior contendo granulos de nitrato de amônio revestidos com 1,5% em peso de terra diatomácea e armazenados desde 31 de Maio 1982 tinha 50,8 mm de granulos moderadamente aglutinados ao longo da fase exposta. Por baixo da porção aglutinada os granulos estavam com escoamento livre. Não se dava nota de qualquer doçura nos sacos da primeira camada. Os restantes sacos da parte superior exterior continham pequenas quantidades de bolos moles. A quantidade de aglutinação era maior que a vista com granulos de nitrato de amônio revestidos com 0,03% de amino-siloxana equivalentemente posicionada num saco como se mostra no Quadro X a seguir.

A quantidade de aglutinação aumentou ligeiramente no meio do estrado de carga, com bolos moles presentes. Estes sacos não deviam ter apresentado problemas a um consumidor.

A maior parte da aglutinação foi encontrada na base do estrado, sendo da ordem de 42-66% em peso. A dureza do bolo era moderada por toda a base do estrado. Os sacos deviam ter que ser deitados sobre o pavimento várias vezes para dividir os bolos.

Considerando estes resultados, deve ser reconhecido que este produto foi feito num dia muito frio, e representa a situação do "melhor caso".

QUADRO X

<u>Estrado/Camada</u>	<u>Número de sacos com amostras</u>	<u>% de aglutinação</u>	<u>Dureza do bolo</u>	<u>% de finos fragmentos</u>
1 <sup>a</sup> . da parte superior exterior	2	35,3	moderada	0,8
3 <sup>a</sup> . da parte superior exterior	2	2,6	mole	1,0
5 <sup>a</sup> . da parte superior exterior	1	11,9	mole	-
3 <sup>a</sup> . do meio	2	14,8	mole	0,7
7 <sup>a</sup> . do meio	2	24,7	mole	-
2 <sup>a</sup> . da base	2	42,3	moderada	-
5 <sup>a</sup> . da base	2	65,7	moderada	-
9 <sup>a</sup> . da base	2	51,8	moderada	-

<u>Estrado/camada</u>	<u>Dureza por Granulo Único (kg/cm<sup>2</sup>)</u>	<u>Dureza por Peneira com Esferas (75 esferas)</u>
3 <sup>a</sup> . da parte superior exterior	19,9	73
3 <sup>a</sup> . da parte superior exterior	25,6	36
2 <sup>a</sup> . da base	22,8	68

Tendo-se agora descrito totalmente o presente invento, se rá evidente para alguém habitualmente especializado na arte que muitas mudanças e modificações podem ser feitas no mesmo sem se afastar do espírito e âmbito do presente invento como aqui mencionado.

## REIVINDICAÇÕES

1 - Processo de preparação dum substrato em particulas do tado com um revestimento protector, caracterizado pelo facto de compreender:

um fertilizante em particulas revestidas com o produto reaccional de pelo menos um composto de amina e uma siloxana.

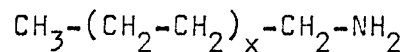
2 - Processo de preparação dum fertilizante em particulas dotadas com um revestimento protector, caracterizado pelo facto de compreender:

particulas dum fertilizante revestidas com o produto reac<sub>c</sub>ional de pelo menos um composto de amina e uma siloxana.

3 - Processo de preparação do fertilizante de acordo com a reivindicação 2, caracterizado pelo facto da referida amina ser um composto único ou uma mistura de aminas que se funde à temperatura de 53°C a 93°C.

4 - Processo de preparação do fertilizante de acordo com a reivindicação 3, caracterizado pelo facto da referida amina ser um composto único ou uma mistura de aminas que são aminas primárias, secundárias ou terciárias de cadeia linear ou ramificada contendo 12 a 18 átomos de carbono.

5 - Processo de preparação do fertilizante de acordo com a reivindicação 4, caracterizado pelo facto da referida amina ser uma mistura de compostos da fórmula:



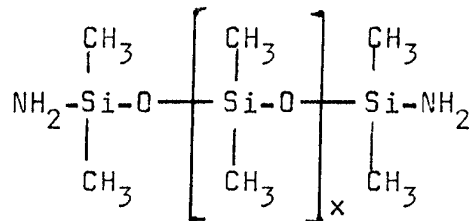
na qual x é 6, 7 e 8.

6 - Processo de preparação do fertilizante de acordo com a reivindicação 2, caracterizado pelo facto da referida siloxana ser ligeiramente viscosa a temperaturas ambientes.

7 - Processo de preparação de fertilizante de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo facto da referida siloxana ser amino substituído e conter substituintes de alquilo inferior e/ou alcoxi inferior.

-34-

8 - Processo de preparação de fertilizante de acordo com a reivindicação 7, caracterizado pelo facto da referida siloxana ter a fórmula:



na qual x é tal que a referida siloxana tem uma viscosidade de cerca de 53 cp à temperatura ambiente.

9 - Processo de preparação do fertilizante de acordo com a reivindicação 2, caracterizado pelo facto da relação de pesos de amina para siloxana do referido revestimento estar compreendida na gama de 5:95 a 95:5.

10 - Processo de preparação do fertilizante de acordo com a reivindicação 9, caracterizado pelo facto da referida gama ser 70:30 a 90:10.

11 - Processo de preparação do fertilizante de acordo com a reivindicação 2, caracterizado pelo facto da quantidade de revestimento sobre as referidas partículas de fertilizante estar compreendida na gama de 0,005-0,20% em peso.

12 - Processo de preparação do fertilizante de acordo com a reivindicação 10, caracterizado pelo facto da quantidade do referido revestimento estar compreendido na gama de 0,01-0,05% em peso.

13 - Processo de preparação do fertilizante de acordo com a reivindicação 2, caracterizado pelo facto das referidas partículas do fertilizante serem pequenas bolinhas de nitrato de amónio.

14 - Processo de preparação dum composição de revestimento protector, caracterizado pelo facto de:

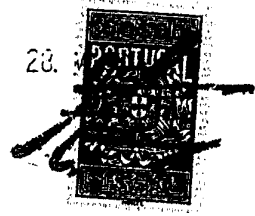
o produto reaccional compreender pelo menos um composto de amina e uma siloxana líquida.

Lisboa, 28. MM 1984

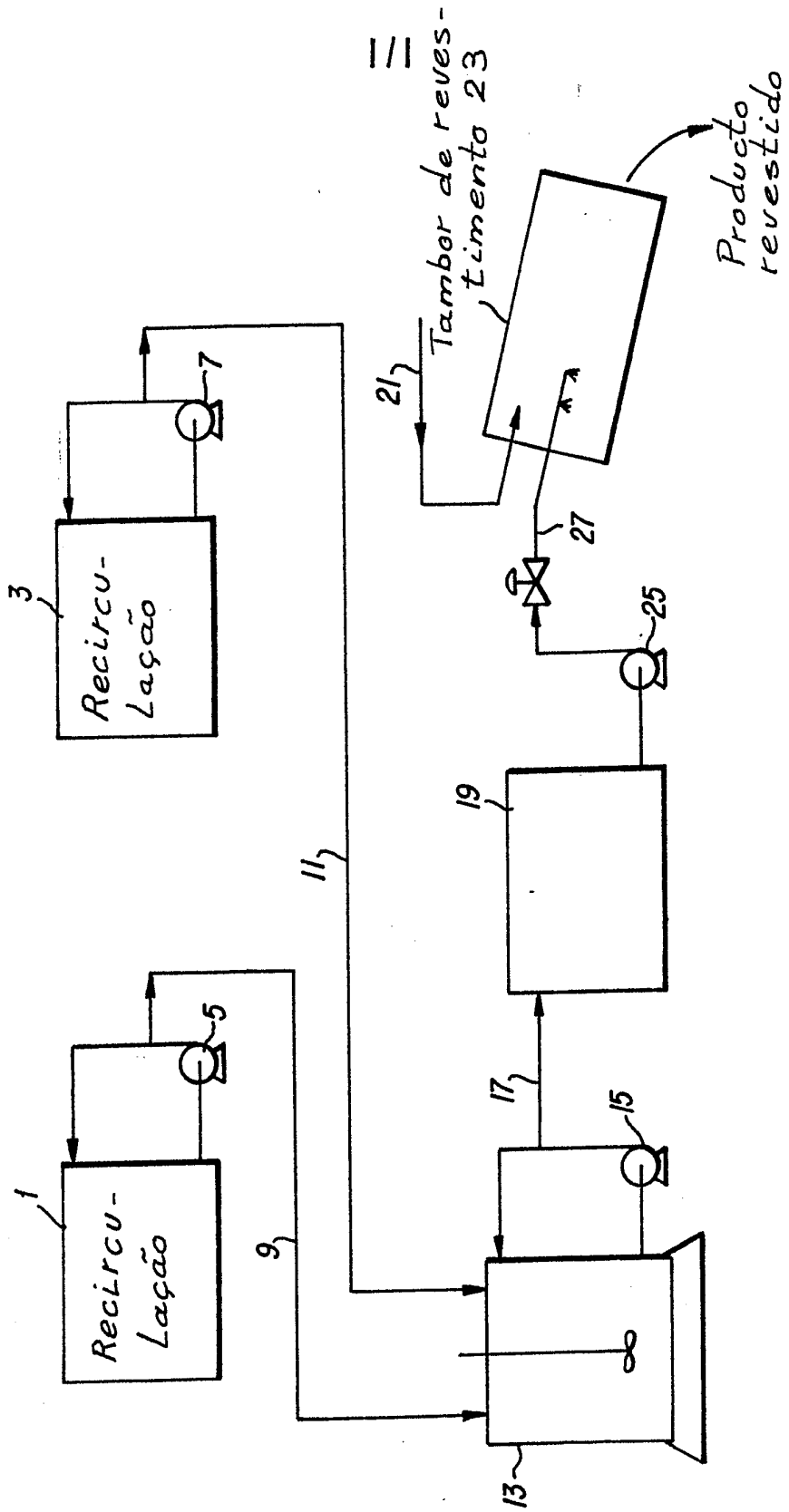
Pela MISSISSIPPI CHEMICAL CORPORATION  
- O AGENTE OFICIAL -

28

Uma folha



6269



Mississippi Chemical Corporation