

# **MÉTODO PARA PREPARAR UN FERTILIZANTE DE AZUFRE MICRONIZADO CON UREA**

---

## **REFERENCIA CRUZADA A LA SOLICITUD RELACIONADA**

- 5 La presente solicitud reivindica la prioridad y el beneficio de la solicitud de patente provisional de EE. UU No. 63/173,409 presentada el 10 de abril de 2021, cuyo contenido se incorpora como referencia en su totalidad.

## **CAMPO DE LA INVENCION**

- 10 La presente invención se relaciona con un proceso para la preparación de composiciones de azufre micronizado con urea, para su uso, por ejemplo, como fertilizantes.

## **ANTECEDENTES DE LA INVENCION**

- 15 La urea y el azufre se usan comúnmente en las composiciones de fertilizantes para proporcionar nutrientes esenciales para el crecimiento de las plantas. Los productos fertilizantes se han fabricado comúnmente al mezclar azufre elemental o azufre micronizado con urea como un macronutriente primario.

El azufre elemental en el fertilizante se oxida lentamente en el suelo, ya que el proceso depende de la colonización y la actividad microbiana. El uso de azufre micronizado tiende a ser deseable ya que el aumento de la tasa de oxidación resulta de partículas de azufre más pequeñas debido al aumento de la superficie disponible para la colonización microbiana.

- 20 El proceso típico para fabricar fertilizantes de urea y azufre involucra mezclar urea fundida con azufre elemental fundido y rociar la suspensión en un granulador (tambor giratorio, bandeja o granulador de lecho fluido) para la formación en gránulos al enfriar.

- 25 La mezcla de urea fundida con azufre elemental fundido típicamente resulta en fertilizantes con grandes glóbulos de azufre, en lugar de una distribución homogénea de azufre micronizado pequeño en los gránulos de fertilizante.

La mezcla de urea fundida con azufre sólido micronizado típicamente resulta en la fusión de las partículas de azufre, destruyendo el pequeño tamaño de las partículas de azufre, y previene la distribución homogénea de las partículas de azufre en los gránulos de fertilizante.

Otros métodos de incorporación de azufre en los fertilizantes incluyen rociar azufre elemental en el exterior del gránulo de urea después de que se forma por granulación para formar urea recubierta de azufre, lo que de nuevo previene la distribución homogénea de azufre en los gránulos.

- 5 Por consiguiente, se necesita un método mejorado para producir fertilizantes con urea y azufre micronizado con mayor homogeneidad en la distribución de pequeñas partículas de azufre.

### **BREVE DESCRIPCIÓN DE LA INVENCION**

- 10 En varios aspectos, la presente invención proporciona métodos para la producción de urea y gránulos de azufre micronizados, y composiciones de fertilizantes de azufre-urea.

En una modalidad, existe un método para la producción de urea y gránulos de azufre micronizados, que comprende:

- a) preparar y mantener la urea fundida a una temperatura adecuada para la inyección en un granulador;
- 15 b) preparar y mantener una suspensión de partículas de azufre micronizado con al menos 20 % de contenido de agua (en peso), con una distribución del tamaño de partícula micronizada relativamente uniforme, para la inyección en el granulador;
- c) antes de la inyección en el granulador, combinar la suspensión de urea y azufre micronizado, en donde el contenido de agua de la suspensión enfría la mezcla de urea y la
- 20 suspensión de azufre micronizado, y las partículas de azufre micronizado permanecen sustancialmente en estado sólido; y
- d) rociar la mezcla de urea y suspensión de azufre micronizado en un granulador usando una boquilla, en donde aproximadamente 20 % (en peso) del contenido de agua en la mezcla de urea y suspensión de azufre micronizado se apaga, en donde el granulador forma
- 25 gránulos de azufre-urea micronizados con una distribución relativamente uniforme de urea y partículas de azufre micronizado.

- El método puede incluir combinar la suspensión de urea y azufre micronizado en una conexión en T antes de la inyección en el granulador. El método puede incluir mantener la urea fundida a una temperatura de al menos 135 °C antes de combinarla con la suspensión
- 30 de azufre micronizado. El método puede incluir mantener la suspensión de azufre micronizado

a una temperatura que sea al menos el punto de fusión del azufre antes de combinarla con urea fundida.

Las partículas de azufre micronizado pueden tener un diámetro promedio menor a aproximadamente 30  $\mu\text{m}$ , preferiblemente menor a aproximadamente 7  $\mu\text{m}$ , y más  
**5** preferiblemente menor a aproximadamente 5  $\mu\text{m}$ .

Después de formarse en el granulador, los gránulos de azufre-urea pueden estar en forma sustancialmente solidificada sin la necesidad de un equipo de secado dedicado. Se puede adicionar calor adicional al sistema existente para completar el proceso de secado.

En otra modalidad, hay una composición de fertilizante de azufre-urea obtenida u  
**10** obtenible al:

a) preparar y mantener la urea fundida en un reactor de urea a una temperatura adecuada para la inyección en un granulador;

b) preparar y mantener una suspensión de partículas de azufre micronizado con al menos 20 % de contenido de agua (en peso), con una distribución del tamaño de partícula  
**15** micronizada relativamente uniforme, para la inyección en el granulador;

c) antes de la inyección en el granulador, combinar la suspensión de urea y azufre micronizado, en donde el contenido de agua de la suspensión enfría la mezcla de urea y suspensión de azufre micronizado, y las partículas de azufre micronizado permanecen sustancialmente en estado sólido;

**20** d) rociar la mezcla de urea y suspensión de azufre micronizado en un granulador usando una boquilla, en donde aproximadamente 20 % (en peso) del contenido de agua en la mezcla de urea y suspensión de azufre micronizado se apaga, en donde el granulador forma gránulos de azufre-urea micronizados con una distribución relativamente uniforme de urea y partículas de azufre micronizado; y

**25** e) formar los gránulos de la composición de fertilizante de azufre-urea sin un paso de secado adicional en un equipo de secado dedicado, en donde el granulador forma gránulos de azufre-urea con una distribución relativamente uniforme de urea y partículas de azufre micronizado.

**30** Las modalidades tienden a permitir la preparación de productos fertilizantes que contienen azufre-urea en los cuales las partículas de azufre micronizado tienen un tamaño

pequeño deseado y una distribución relativamente homogénea, al evitar la fusión o formación de glóbulos de azufre más grandes.

- En las modalidades, la presencia de agua en la mezcla de urea y partículas de azufre micronizado tiende a proporcionar una disminución de temperatura al combinar la urea fundida con la suspensión de azufre micronizado. El contenido de agua tiende a proteger las partículas de azufre micronizado en la suspensión y también previene la solidificación de urea por dilución, de modo tal que cuando la mezcla está en estado fluido de flujo libre y se inyecta en el granulador (tal como a través de una boquilla), hay una aplicación relativamente o generalmente homogénea de urea y partículas de azufre micronizado en los gránulos. El calor generado naturalmente durante el proceso de solidificación de urea tiende a evaporar aún más cualquier o toda el agua restante en la mezcla de urea y partículas de azufre micronizado, lo que permite la eliminación de la necesidad de un equipo de secado dedicado para los gránulos formados.

### **BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS**

- Lo anterior y otros aspectos de la invención se harán más evidentes a partir de la siguiente descripción de las modalidades específicas de la misma y los dibujos adjuntos que ilustran, solamente a modo de ejemplo, los principios de la invención.

La Figura 1 muestra una representación esquemática de una planta fertilizante ejemplar de una modalidad.

- La Figura 2 muestra una representación esquemática de un sistema ejemplar de línea de alimentación de urea y azufre micronizado para la inyección en un granulador en una modalidad.

- La Figura 3 muestra una micrografía de barrido de electrones (SEM, por sus siglas en inglés) del gránulo de azufre micronizado con urea producido de acuerdo con una modalidad, tomada a un aumento de 80x, 350x y 500x.

La Figura 4 muestra una micrografía de barrido de electrones (SEM) y rayos X de dispersión de energía del gránulo de azufre micronizado con urea producido de acuerdo con una modalidad, tomada a un aumento de 80x, 350x y 500x.

### **DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION**

- La descripción a continuación, y las modalidades descritas en la misma, se proporcionan a

modo de ilustración de un ejemplo, o ejemplos, de modalidades particulares de los principios de la presente invención. Estos ejemplos se proporcionan con el fin de explicar, y no de limitar, esos principios y la invención. Se apreciará que se han proporcionado numerosos detalles específicos para una comprensión profunda de las modalidades ejemplares descritas en la presente. Sin embargo, se entenderá por aquellos con conocimientos ordinarios en la técnica que las modalidades descritas en la presente se pueden practicar sin estos detalles específicos. En otros casos, los métodos, procedimientos, aparatos, equipos y componentes conocidos no se han descrito en detalle para no oscurecer las modalidades descritas en la presente. Asimismo, esta descripción no se debe considerar para que pueda limitar el alcance de las modalidades descritas en la presente de ninguna manera, sino más bien como una mera descripción de la implementación de las diversas modalidades descritas en la presente.

La terminología usada en la presente tiene el propósito de solamente describir casos particulares y no pretende ser limitante. Los términos y frases usados en esta memoria descriptiva tienen sus significados ordinarios como alguien con conocimientos en la técnica entendería. Tales significados ordinarios se pueden obtener con referencia a diccionarios técnicos, tales como Hawley's Condensed Chemical Dictionary 14<sup>o</sup> Ed, por R.J. Lewis, *John Wiley & Sons*, New York, N.Y., 2001.

Como se usa en la presente, las formas singulares “un”, “una” y “el/la” pretenden también a incluir las formas plurales, a menos que el contexto indique claramente lo contrario.

La frase “y/o” se debe entender con el significado de “cualquiera o ambos” de los elementos tan unidos, es decir, elementos que están presentes en conjunto en algunos casos y disyuntivamente presentes en otros casos. Así, como ejemplo no limitante, una referencia a “A y/o B”, cuando se usa en conjunto con lenguaje abierto como “comprender” se puede referir, en una modalidad, a solamente A (opcionalmente incluyendo elementos distintos de B); en otra modalidad, a solamente B (opcionalmente incluyendo elementos distintos de A); en otra modalidad, tanto a A como a B (opcionalmente incluyendo otros elementos); etc.

El término “porcentaje en peso”, “% en peso”, “porcentaje de peso”, “% peso”, peso %, “% (en peso)” y sus variaciones, se refieren a la concentración de una sustancia como el peso de esa sustancia dividido por el peso total de la composición que contiene esa sustancia, y multiplicado por 100.

Como se entenderá por aquellos con conocimientos ordinarios en la técnica, todos los números, incluyendo aquellos que expresan cantidades de reactivos o ingredientes,

propiedades, tales como peso molecular, condiciones de reacción, y así sucesivamente, son aproximaciones y se entienden como modificados opcionalmente en todos los casos por el término “aproximadamente”. Estos valores pueden variar dependiendo de las propiedades deseadas que buscan obtener aquellos con conocimientos ordinarios en la técnica usando las enseñanzas de las descripciones en la presente. También se entiende que tales valores contienen inherentemente variabilidad que resulta necesariamente de las desviaciones estándar encontradas en sus respectivas mediciones de prueba.

El término “aproximadamente” se puede referir a una variación de  $\pm 5\%$ ,  $\pm 10\%$ ,  $\pm 20\%$  o  $\pm 25\%$  del valor especificado. Por ejemplo, “aproximadamente 50” por ciento en algunas modalidades puede llevar una variación de 45 a 55 por ciento. Para rangos enteros, el término “aproximadamente” puede incluir uno o dos enteros mayores que y/o menores que un entero recitado en cada extremo del rango. A menos que se indique lo contrario en la presente, el término “aproximadamente” pretende incluir valores y rangos próximos al rango recitado que son equivalentes en términos del funcionalidad de la composición, o la modalidad.

Se entenderá además que los términos “comprende”, “que comprende”, “incluye” y/o “que incluye”, cuando se usen la presente, especifican la presencia de atributos, enteros, pasos, operaciones, elementos, y/o componentes, pero no excluyen la presencia o adición de uno o más atributos, enteros, pasos, operaciones, elementos, componentes y/o grupos de los mismos.

Aunque la divulgación ha sido descrita con referencia a ciertas modalidades específicas, varias modificaciones de las mismas serán evidentes para aquellos con conocimientos ordinarios en la técnica. Los ejemplos proporcionados en la presente se incluyen únicamente con el propósito de ilustrar la divulgación y no tienen la intención de limitar la divulgación de ninguna manera. Cualquier dibujo proporcionado en la presente tiene el único propósito de ilustrar varios aspectos de la divulgación y no tiene la intención de ser dibujado a escala o para limitar la divulgación de ninguna manera. El alcance de las reivindicaciones anexas no debe estar limitado por las modalidades preferidas establecidas en la descripción anterior, sino que se debe dar la interpretación más amplia que sea coherente con la presente memoria descriptiva en su totalidad.

Como se usa en la presente, un “material fertilizante” es cualquier sustancia que incluye cualquier macronutriente primario, macronutriente secundario o un micronutriente, o combinaciones de los mismos.

En una modalidad, hay un método para preparar un material fertilizante que comprende:

- a) preparar y mantener la urea fundida a una temperatura adecuada para la inyección en un granulador;
- 5 b) preparar y mantener una suspensión de partículas de azufre micronizado con al menos 20 % de contenido de agua (en peso), con una distribución del tamaño de partícula micronizada relativamente uniforme, para la inyección en el granulador;
- c) antes de la inyección en el granulador, combinar la suspensión de urea y azufre micronizado, en donde el contenido de agua de la suspensión enfría la mezcla de urea y la suspensión de azufre micronizado, y las partículas de azufre micronizado permanecen sustancialmente en estado sólido; y
- 10 d) rociar la mezcla de urea y suspensión de azufre micronizado en un granulador usando una boquilla, en donde aproximadamente 20 % (en peso) del contenido de agua en la mezcla de urea y suspensión de azufre micronizado se apaga, en donde el granulador forma gránulos de azufre-urea micronizados con una distribución relativamente uniforme de urea y partículas de azufre micronizado.
- 15

En algunas modalidades, el método puede incluir combinar la suspensión de urea y azufre micronizado en un conector en T cerca cadena arriba de la boquilla de rociado ubicada dentro del cuerpo del granulador. El tiempo de contacto entre las dos corrientes se puede mantener al mínimo, por ejemplo, en un segundo o un tiempo adecuado para prevenir que las partículas de azufre micronizado se fundan una vez que entran en contacto con la urea fundida o la corriente de urea solidificada en la línea de alimentación.

20

La cantidad de tiempo para combinar la urea fundida y la suspensión de azufre micronizado se puede controlar por la tasa de flujo de cada una de las líneas de alimentación a un conector en T, y la disposición y la distancia entre el conector en T y la(s) boquilla(s) al rociar la mezcla en el granulador.

25

En algunas modalidades, la urea fundida se puede preparar al alimentar puntas o gránulos de urea en un fundidor de urea a un tasa de flujo constante. En otras modalidades, la urea fundida puede provenir de un reactor de urea. El equipo de fusión o reactor de urea puede mantener la urea fundida a una temperatura estable, preferiblemente a una temperatura de al menos 135 °C. La urea fundida se puede transferir del fundidor o reactor de

30

urea al granulador usando una bomba centrífuga con camisa de vapor y impulsor cerrado, equipada con un motor eléctrico refrigerado por ventilador totalmente cerrado. La refundición de las puntas o los gránulos de urea tiende a formar una mayor cantidad de biuret, que tiende a ser un compuesto indeseable en el producto final. En tales casos, se puede reducir el tiempo de residencia de la urea fundida en el equipo de fusión de urea o en el reactor, o se pueden adicionar agentes supresores de biuret en el material fundido de urea.

En algunas modalidades, la urea fundida se puede preparar al usar un proceso comercial de producción de urea que se proporciona principalmente por, pero no se limita, a los siguientes fabricantes: Stamicarbon (Países Bajos), Snam Progetti Saipem (Italia), Toyo (Japón) o Urea Casale (Italia), u otros. Mientras que varios licenciarios comerciales de procesos de producción de urea usan varios procesos para fabricar urea, el paso final involucra la producción de fusión de urea que puede ser granulada aún más para producir el producto fertilizante granular deseado al usar uno de los métodos de granulación que se describen a continuación. En algunas modalidades, la urea fundida, o fusión de urea, se puede proporcionar directamente de una planta de urea sin necesidad de almacenamiento en un tanque de urea, lo que tiende a resultar en un contenido de biuret más estable.

En algunas modalidades, la suspensión de partículas de azufre micronizado con agua se puede preparar al mezclar azufre elemental micronizado y agua que contiene un dispersante. Por ejemplo, las partículas de azufre micronizado se pueden formar por un método tal como el descrito en las patentes de EE.UU. No. 8,679,446 y 9,278,858 o PCT/CA2019/051904, cuyos contenidos se incorporan en la presente como referencia en su totalidad. La suspensión de partículas de azufre micronizado con agua se puede transferir al granulador usando una bomba de tipo cavidad progresiva de desplazamiento positivo.

En algunas modalidades, hasta 85 % (en peso) del azufre fundido se adiciona al agua sobrecalentada y se mantiene por encima del punto de fusión del azufre con un dispersante en una concentración de aproximadamente 0,01 % (en peso) a aproximadamente 5,0 % (en peso). La mezcla se mezcla o agita posteriormente para formar una emulsión fina de azufre en agua. El enfriamiento rápido de la emulsión por la reducción de presión resulta en la solidificación del azufre, que permanece suspendido en la solución dispersante, formando una suspensión sólida/agua de azufre micronizado. Después de la solidificación del azufre micronizado, el dispersante puede permanecer en la solución y ayuda a prevenir la aglomeración o agregación de las partículas de azufre. El azufre micronizado en esta suspensión sólida/agua se puede usar directamente en la conexión en T y el granulador, o

separar de la solución dispersante para producir partículas de azufre recubiertas con una capa de dispersante. Estas partículas de azufre se pueden volver a suspender y se puede adicionar una solución dispersante adicional si es necesario y se puede usar directamente como suspensión de partículas de azufre micronizado con al menos 20 % de agua (en peso) para mezclar con la urea fundida en su inyección en un granulador.

El dispersante puede ser un compuesto de sulfonato de naftaleno, tal como el que se encuentra en Morwet® o carboximetilcelulosa (CMC, por sus siglas en inglés), o cualquier tensioactivo que ayude a mantener el azufre fundido en un estado altamente disperso antes de la solidificación. El dispersante puede ser un tensioactivo aniónico, catiónico, anfotérico o no iónico, o combinaciones de los mismos. Los tensioactivos aniónicos adecuados incluyen, pero no se limitan a, derivados de lignina, tales como lignosulfonatos, sulfonatos aromáticos y sulfonatos alifáticos y sus condensados de formaldehído y derivados, ácidos grasos/carboxilatos, ácidos grasos sulfonados y ésteres de fosfato de alquilfenol, polialquileril- o alquil-alcoxilatos. Los tensioactivos catiónicos adecuados incluyen, pero no se limitan a, tensioactivos catiónicos que contienen nitrógeno. En una modalidad, el dispersante comprende un tensioactivo no iónico. Los tensioactivos no iónicos adecuados incluyen, pero no se limitan a, alcoholes grasos alcoxilados, ácidos grasos alcoxilados, éteres grasos alcoxilados, amidas grasas alcoxiladas, etoxilatos de alcohol, etoxilatos de nonifenol, etoxilatos de octilfenol, etoxilatos de aceites de semillas, etoxilatos de aceites minerales, fenoles alquilados, etoxilatos de glicéridos, etoxilatos de aceite de ricino, y mezclas de los mismos.

En referencia a la Figura 2, hay un sistema de alimentación de urea fundida y azufre micronizado en suspensión que proporciona su combinación y se descarga a través de una boquilla de rociado común en un granulador. En algunas modalidades, se puede instalar una conexión en T en las líneas de suministro de la suspensión de urea fundida y azufre micronizado. Un extremo de la conexión en T se puede conectar a la línea de suministro de la suspensión de azufre micronizado con agua, y otro extremo conectado a la línea de alimentación de urea fundida, con un extremo de salida de la conexión en T conectado a una o más boquillas de rociado del granulador. La conexión en T permite que la urea fundida y la suspensión de partículas de azufre micronizado con agua se mezclen antes de ser rociadas en un granulador. Otros conectores se pueden usar en otras modalidades, tal como, por ejemplo, un conector en Y, u otros conectores y sistemas de mezcla de fluidos. El tipo de conector usado y la colocación del conector en relación con el cuerpo del granulador se pueden determinar basados en el tiempo de contacto adecuado entre la urea fundida y las

corrientes de alimentación de suspensión de azufre micronizado para prevenir que las partículas de azufre micronizado se fundan una vez que entran en contacto con la urea fundida o la corriente de urea que se solidifica en la línea de alimentación.

La presencia de agua en la mezcla de urea y partículas de azufre micronizado tiende a proporcionar una disminución de temperatura después de la combinación de la urea fundida con la suspensión de azufre micronizado, y las partículas de azufre micronizado permanecen sustancialmente en estado sólido. El contenido de agua tiende a proteger las partículas de azufre micronizado en la suspensión y también previene la solidificación de urea por dilución, de modo tal que cuando la mezcla está en estado fluido de flujo libre y se inyecta en el granulador (tal como a través de una boquilla), hay una aplicación relativamente o generalmente homogénea de urea y partículas de azufre micronizado en los gránulos.

La mezcla de urea y suspensión de partículas de azufre micronizado con agua se puede aplicar usando cualquier método y equipo convencional de prilado o granulación, como una torre de prilado, un tambor giratorio, un granulador de bandeja, un esferodizador o un lecho fluido. Por ejemplo, los equipos que mantienen un lecho de partículas sólidas en constante movimiento tenderán a fomentar la aplicación relativamente uniforme de un recubrimiento rociado. En algunas modalidades se puede usar un granulador como un tambor giratorio, un granulador de bandeja o un granulador de lecho fluido.

En algunas modalidades, se usa una boquilla para rociar la mezcla de urea y la suspensión de partículas de azufre micronizado con agua de modo tal que aproximadamente 20 % (en peso) del contenido de agua en la mezcla se apaga durante el proceso de rociado.

En algunas modalidades, la mezcla de urea y la suspensión de partículas de azufre micronizado con agua pueden simplemente gotear sobre un lecho de sólidos circulantes o verter desde un dispositivo perforado o dispositivo giratorio para formar gotas que caen libremente bajo la gravedad dentro de torres altas como una torre de prilado.

En algunas modalidades, la suspensión de partículas de azufre micronizado con agua se puede rociar o gotear por separado junto con urea fundida directamente sobre un lecho de gránulos sólidos circulantes, como en el caso de un granulador de tambor, sin mezclarse en la línea de alimentación. La suspensión de partículas de azufre micronizado con la línea de alimentación de agua se puede ejecutar por separado junto a la línea de alimentación de urea fundida y rociar a través de una boquilla o simplemente gotear. La mezcla de urea fundida y la suspensión de partículas de azufre micronizado con agua puede ocurrir en el lecho de

sólidos circulantes dentro del granulador de tambor. El calor sustancial de la cristalización de urea de la urea solidificada se transferiría al lecho de sólidos circulantes que posteriormente evaporarían el agua presente en la suspensión de partículas de azufre micronizado para formar gránulos duros. El lecho rápido de sólidos circulantes puede ayudar a mezclar la urea fundida y la partículas de azufre micronizado lo suficientemente bien como para formar gránulos sustancialmente homogéneos. Este método también es ventajoso, ya que puede no involucrar ninguna modificación en un proceso de urea existente.

En el caso de un granulador de tambor giratorio, las boquillas de rociado se pueden colocar más cerca de la parte inferior del tambor sobre un lecho de gránulos sólidos circulantes. La ubicación de la boquilla se puede elegir para mantener el arrastre del rociado al mínimo, maximizar la evaporación del agua y promover la dispersión del rociado para que no se enfoque sobre un área pequeña. Las boquillas de rociado se pueden orientar en cualquier dirección que ayude a un recubrimiento uniforme de la mezcla de urea y suspensión de partículas de azufre micronizado y prevenir que las boquillas se obstruyan. El tambor puede incluir opcionalmente cuchillas agitadas o costillas para ayudar a girar sobre el lecho de partículas sólidas.

En el caso de un granulador de lecho fluido, las boquillas de rociado se pueden colocar debajo o dentro del lecho de materiales fertilizantes para evitar o minimizar el arrastre de aire que fluye a la cámara de bolsa. Las velocidades de aire más altas en un lecho fluido resultan en una fracción más alta de arrastre si las boquillas se encuentran fuera del lecho. Orientar las boquillas adecuadamente, por ejemplo horizontalmente con una ligera inclinación hacia abajo, puede evitar que la placa de distribución se obstruya y que el orificio de la boquilla se ahogue debido a la deposición sólida.

En algunas modalidades, las partículas de azufre micronizado pueden tener un diámetro de promedio menor a 30  $\mu\text{m}$ , preferiblemente menor a 7  $\mu\text{m}$ , y más preferiblemente menor a aproximadamente 5  $\mu\text{m}$ .

En algunas modalidades, los gránulos de azufre-urea micronizados no se necesitan procesar más a través de un equipo de secado dedicado, ya que el calor liberado durante el proceso de solidificación de la urea evapora el contenido de agua restante introducido por la suspensión de partículas de azufre micronizado con agua. En algunas modalidades se puede introducir calor adicional en forma de aire caliente que fluye a través del proceso de granulación para ayudar a una evaporación más rápida del agua. En algunas modalidades, el aire deshumidificado podría pasar a través del equipo de granulación y el equipo de

enfriamiento de gránulos del producto para ayudar a la evaporación eficiente del agua de los gránulos.

En algunas modalidades, hay una composición de fertilizante de azufre-urea obtenida u obtenible por los métodos descritos en la presente.

- 5**        Ejemplos - Los siguientes ejemplos pretenden únicamente a ilustrar las modalidades específicas de la invención, y no a limitar la invención reivindicada.

#### Ejemplo 1 - Esquema de planta piloto

- 10**        La Figura 1 muestra una representación esquemática de una planta piloto de producción de fertilizantes que implementa una modalidad de la presente invención. En este ejemplo, el prilado de urea se funde en el fundidor de urea y se mantienen a una temperatura de al menos 135 °C. La urea fundida se transfiere del fundidor de urea al granulador de tambor mediante la línea de alimentación de urea fundida.

- El azufre elemental micronizado y agua que contiene 1,25 % de tensioactivo (en peso) se mezclan y se vierten en el tanque de alimentación de suspensión de azufre micronizado.
- 15**        La suspensión homogénea se agita con un agitador de accionamiento eléctrico con cuatro palas, impulsores de dos niveles y una bomba tipo engranaje de desplazamiento positivo Jabsco® para recircular la suspensión en el tanque. Las partículas de azufre micronizado tienen un diámetro de promedio preferiblemente menor a aproximadamente 30 µm, preferiblemente menor a aproximadamente 7 µm, y más preferiblemente menor a
- 20**        aproximadamente 5 µm. La suspensión de partículas de azufre micronizado con agua se transfiere al granulador de tambor mediante la línea de alimentación usando una bomba de tipo cavidad progresiva de desplazamiento positivo Moyno®.

- El granulador de la planta en la modalidad es un granulador de tipo tambor rotativo, de aproximadamente 92 cm de diámetro y aproximadamente 180 cm de largo. Una presa de
- 25**        retención de 15 cm se encuentra a 25,4 cm de la descarga extremo del granulador. El granulador se opera en un ángulo de inclinación de 1,5 grados (°) con respecto a la horizontal.

- Los gases extraídos del granulador se tratan en un depurador de tipo Venturi de una sola vez. El sistema depurador usa agua como medio depurador. El sistema depurador consiste en un depurador de poliéster reforzado tipo Venturi, un tanque de sellado de
- 30**        recirculación, una bomba centrífuga y un ventilador.

Desde el granulador de tambor, el material granular se descarga por gravedad en un secador de tipo de tambor rotativo usado como enfriador de rendimiento. El enfriador de rendimiento se operó con un flujo de aire de temperatura ambiente co-actual. El enfriador de rendimiento funciona con un ángulo de inclinación de 2,0° con respecto a la horizontal.

- 5** Un colector de polvo tipo ciclón se ubica en el conducto de aire de proceso entre la descarga del secador y el ventilador del secador. El conducto de salida del ventilador del secador se conecta a un depurador húmedo. Este sistema depurador usa agua como medio depurador. El sistema depurador consiste en un tanque de recirculación, una bomba de recirculación de licor depurador y un ventilador.
- 10** Se usa un elevador de cangilones para transferir el material desde el enfriador de rendimiento a un sistema de visualización vibrado mecánicamente inclinado de dos pisos. La carcasa de visualización está equipada con una visualización de gran tamaño y una visualización de menor tamaño para producir un producto en el rango de tamaño de 2,36 mm a 4,00 mm. El material de mayor tamaño del sistema de visualización se dirige a un molino de
- 15** cadena. El material triturado que se descarga del molino de cadena se devuelve al sistema de visualización. El material de menor tamaño del sistema de visualización se devuelve (reciclaje) al granulador junto con una fracción controlada del material del tamaño del producto, cuando sea necesario, para mantener el control de la granulación. La fracción del tamaño del producto del sistema de visualización se transfiere a un enfriador de producto que
- 20** funciona con un flujo de aire de corriente conjunta ventilado al sistema de recolección de polvo fugitivo. Desde el enfriador del producto, el material del tamaño del producto se descarga en bolsas o tolvas.

La planta está equipada con un sistema de recolección de polvo fugitivo. Este sistema consiste en una red de conductos de recolección conectados a un colector de polvo tipo ciclón.

- 25** El colector de polvo recibe el polvo de los elevadores, el sistema de visualización y los transportadores. Un ventilador centrífugo saca el aire a la atmósfera.

Ejemplo 2 - Sistema de suministro para urea fundida y suspensión de partículas de azufre micronizado con agua

- 30** La suspensión de partículas de azufre micronizado con agua se transfiere al granulador de tambor mediante la línea de alimentación hecha de tubos de acero inoxidable 316 de 1,27 mm de diámetro. El tanque de alimentación de suspensión de azufre micronizado también contiene una línea para evadir la suspensión de partículas de azufre micronizado con

agua en el tanque con una válvula de encendido/apagado para cada línea para bloquear el flujo en cualquier dirección. La línea de derivación permite controlar la tasa de flujo de la suspensión de partículas de azufre micronizado con agua y proporcionar una manera de medir la tasa de flujo que va al tanque de alimentación y calcular la tasa de flujo que va al granulador por diferencia.

La línea de suministro de la urea fundida se conecta a una conexión en T. Un extremo de la conexión en T se conecta a la urea fundida que fluye y la línea de derivación se conecta a la suspensión del flujo de azufre micronizado en agua, y el otro extremo de la conexión en T se conecta a una boquilla de rociado, tal como una boquilla de rociado de cono hueco WhirlJet® No. 10, que se encuentra a 32 cm de la alimentación del granulador extremo y a 35 cm de la pared del granulador. La conexión en T permite que la urea fundida y la suspensión de partículas de azufre micronizado con agua se mezclen antes de ser rociadas en un granulador.

Ejemplo 3 - Suministro de urea fundida y suspensión de partículas de azufre micronizado con agua al granulador y resultados de prueba

El suministro de urea y la suspensión de partículas de azufre micronizado con agua al granulador se probó dos veces (7-1308 y 7-1309) usando las condiciones proporcionadas en la Tabla 1 a continuación.

Tabla 1. Resumen de los datos de prueba generados durante la producción de partículas de azufre granulado micronizado con urea

| Identificación de prueba                                      | 7-1308  | 7-1309  |
|---------------------------------------------------------------|---------|---------|
| Tasa de producción calculada, kg/h                            | 344     | 360     |
| <b>Fundidor de urea:</b>                                      |         |         |
| Alimentación                                                  |         |         |
| Prilado de urea, kg/h                                         | 272     | 308     |
| Condiciones                                                   |         |         |
| Temperatura de urea fundida, °C                               | 135     | 132     |
| <b>Granulador de tambor:</b>                                  |         |         |
| Alimentación                                                  | 111,5   | 80,5    |
| Suspensión de partículas de azufre micronizado con agua, kg/h | 310-320 | 310-320 |

| Identificación de prueba                               | 7-1308  | 7-1309  |
|--------------------------------------------------------|---------|---------|
| Urea fundida, kg/h                                     |         |         |
| Condiciones                                            |         |         |
| Temperatura del lecho, °C                              | 46      | 55      |
| Temperatura de reciclado, °C                           | 25      | 26      |
| Relación de reciclaje a producto                       | 5,6     | 3,0     |
| Velocidad de rotación, rpm                             | 20      | 20      |
| Velocidad del tambor, fracción de velocidad crítica, % | 45      | 45      |
| <b>Secador:</b>                                        |         |         |
| Condiciones                                            |         |         |
| Rendimiento, kg/h                                      | 1,826   | 1,370   |
| Gas natural, kg/h                                      | 0,0     | 0,0     |
| Temperatura de la cámara de combustión, °C             | 38      | 31      |
| Temperatura de descarga de material, °C                | 30      | —       |
| Temperatura de los gases de salida, °C                 | 25      | 26      |
| Velocidad de rotación, rpm                             | 8       | 10      |
| Velocidad del tambor, fracción de velocidad crítica, % | 18      | 21      |
| <b>Enfriador de producto:</b>                          |         |         |
| Condiciones                                            | 22      | 26      |
| Temperatura de descarga de material, °C                |         |         |
| <b>Condiciones ambientales:</b>                        |         |         |
| Temperatura (mín./máx.), °C                            | 15 / 19 | 12 / 17 |
| Humedad relativa (mín./máx.), %                        | 41 / 55 | 64 / 71 |

#### *Monitoreo total de azufre*

- Se recolectaron muestras de polvo para las pruebas 7-1308 y 7-1309 en el conducto de salida del elevador del secador, el secador y los conductos de entrada de ciclones de polvo fugitivos para determinar la carga de polvo y el contenido total de azufre de cada corriente, como se muestra en la Tabla 2. Además, el polvo recolectado en cada subflujo ciclónico se pesó, muestreó y analizó químicamente. El propósito de este análisis fue monitorear el contenido total de azufre durante la operación de la planta y compararlo con el contenido total de azufre en el producto. Los análisis químicos y la cantidad de polvo recolectado del subflujo de cada ciclón se encuentran en la Tabla 3.

La suspensión de partículas de azufre micronizado con agua se bombeó al granulador a la velocidad máxima de la bomba con la válvula de la línea de retorno cerrada; posteriormente se bombeó urea fundida en el granulador. Una vez que el rociado en el granulador fue constante, las tasas de flujo de urea fundida y la suspensión de partículas de azufre micronizado con agua se ajustaron a los valores objetivo. Se recolectaron dos muestras de la suspensión de rociado y se sometieron a análisis químicos, las cuales mostraron un contenido total de sólidos de 9,0 % y 9,1 % (en peso), respectivamente. La Tabla 2 a continuación ilustra las concentraciones de polvo y azufre de las diversas corrientes de aire muestreadas. La Tabla 3 a continuación ilustra los resultados de los análisis químicos y la cantidad de polvo recolectado durante la prueba. Se recolectaron un total de 169 kg de polvo, de los cuales 129 kg fueron del subflujo de ciclón del secador y 40 kg fueron del subflujo de ciclón de polvo fugitivo.

Durante los últimos 10 minutos de la prueba, se probaron tres ajustes diferentes de la bomba para la suspensión de partículas de azufre micronizado con agua con la válvula de la línea de retorno cerrada. La bomba se ajustó a 100 rpm, 50 rpm y 35 rpm manteniendo el ajuste de urea fundida estable a 59 % de la escala. Después de aproximadamente cinco minutos en cada ajuste de velocidad, se recolectó una muestra de la suspensión de rociado de urea fundida y la suspensión de partículas de azufre micronizado con agua y se envió para análisis químicos. Los resultados mostraron que el contenido elemental de azufre de las muestras fue de 24,2 %, 14,6 % y 10,2 % (en peso), respectivamente. Basados en estos resultados, se seleccionaron otras tasas de flujo para la prueba 7-1309.

Tabla 2. Concentraciones de polvo de los distintos flujos de aire muestreados

| Número de prueba | Ubicación de la muestra               | Polvo por volumen de aire | Contenido total de azufre | Concentración total de azufre en el flujo de aire |
|------------------|---------------------------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------------------------------|
|                  |                                       | (g/m <sup>3</sup> )       | (%)                       | (g/m <sup>3</sup> )                               |
| 7-1308           | Elevador del secador                  | 4,91                      | 16,34                     | 0,80                                              |
|                  | Entrada de ciclón del secador         | 6,67                      | 13,19                     | 0,88                                              |
|                  | Entrada del ciclón del polvo fugitivo | 0,80                      | 19,44                     | 0,16                                              |

| Número de prueba | Ubicación de la muestra               | Polvo por volumen de aire | Contenido total de azufre | Concentración total de azufre en el flujo de aire |
|------------------|---------------------------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------------------------------|
|                  |                                       | (g/m <sup>3</sup> )       | (%)                       | (g/m <sup>3</sup> )                               |
| 7-1309           | Elevador del secador                  | 6,37                      | 17,50                     | 1,11                                              |
|                  | Entrada de ciclón del secador         | 22,82                     | 8,37                      | 1,91                                              |
|                  | Entrada del ciclón del polvo fugitivo | 0,80                      | 16,33                     | 0,13                                              |

Tabla 3. Análisis químicos y cantidad de polvo recolectado del subflujo del ciclón

| Número de prueba | Ubicación      | No. muestra. | Análisis químico <sup>a</sup> (%) |              |                      | Cantidad de polvo recolectado (kg) |
|------------------|----------------|--------------|-----------------------------------|--------------|----------------------|------------------------------------|
|                  |                |              | Nitrógeno total                   | Azufre total | Humedad <sup>b</sup> |                                    |
| 7-1308           | Secador        | 1            | 40,3                              | 11,95        | 0,17                 | 106                                |
|                  |                | 2            | 38,4                              | 14,62        | 0,33                 | 23                                 |
|                  | Polvo fugitivo | 3            | 39,8                              | 14,27        | 0,06                 | 40                                 |
| 7-1309           | Secador        | 1            | 41,8                              | 9,58         | 0,18                 | 121                                |
|                  |                | 2            | 42,6                              | 8,67         | 0,21                 | 387                                |
|                  | Polvo fugitivo | 3            | 39,3                              | 14,03        | 0,34                 | 45                                 |

<sup>a</sup> Los análisis químicos se realizaron de acuerdo con los métodos de la Asociación de Químicos Analíticos Oficiales (AOAC, por sus siglas en inglés), excepto el nitrógeno total y el azufre total, que se analizaron usando un método del Centro Internacional de Desarrollo de Fertilizantes (IFDC, por sus siglas en inglés) en un analizador de combustión.

<sup>b</sup> El contenido de humedad se determinó usando el método de desecador al vacío.

#### *Prueba 7-1309*

La suspensión de partículas de azufre micronizado con agua se bombeó al granulador a una velocidad de bombeo de 100 rpm; posteriormente la urea fundida se bombeó al granulador. La velocidad de la bomba de las partículas de azufre micronizado con agua se redujo lentamente a 45 rpm, posteriormente se aumentó a 50 rpm para aumentar la concentración de azufre elemental. El flujo de urea fundida también se incrementó

proporcionalmente para obtener un objetivo de 10 % (en peso) de azufre elemental en el producto final. La tasa de flujo de urea fundida fluctuó entre 310 kg/h y 320 kg/h. La tasa de flujo de la suspensión de partículas de azufre micronizado con agua varió de 74,4 kg/h a 87,4 kg/h, en donde la tasa de flujo se calculó en base a la cantidad de suspensión de partículas de azufre micronizado con agua alimentada al sistema en un período específico. La Tabla 2 anterior ilustra las concentraciones de polvo y azufre de las diversas corrientes de aire muestreadas. La Tabla 3 anterior ilustra los resultados de los análisis químicos y la cantidad de polvo recolectado durante la prueba. Se recolectaron un total de 553 kg de polvo, de los cuales 508 kg fueron del subflujo de ciclón del secador y 45 kg fueron del subflujo de ciclón de polvo fugitivo.

#### *Análisis químico*

Los análisis químicos de muestras seleccionadas de cada prueba se realizaron de acuerdo con los métodos de la Asociación de Químicos Analíticos Oficiales (AOAC). Los resultados de los análisis químicos se muestran en la Tabla 4 a continuación. Además, el contenido de humedad de las muestras en varias corrientes de proceso también se determinó como se muestra en la Tabla 5 a continuación.

Tabla 4. Análisis químicos de muestras producidas en la planta

| Número de prueba | No. muestra <sup>a</sup> | Análisis químico <sup>b</sup> (%) |              |                |                      |
|------------------|--------------------------|-----------------------------------|--------------|----------------|----------------------|
|                  |                          | Nitrógeno total                   | Azufre total | Biuret         | Humedad <sup>c</sup> |
| 7-1308           | 1                        | 35,7                              | 18,1         | 6,58           | 2,56                 |
| 7-1309           | 1                        | 40,5                              | 11,6         | — <sup>d</sup> | 1,76                 |
|                  | 2                        | 38,1                              | 13,7         | 4,51           | 2,43                 |

<sup>a</sup> La muestra 1 para la prueba 7-1308 se recolectó al final del día, y las muestras 1 y 2 para la prueba 7-1309 se recolectaron al mediodía y al final del día, respectivamente.

<sup>b</sup> Los análisis químicos se realizaron de acuerdo con los métodos AOAC excepto nitrógeno total y azufre total, los cuales se analizaron por un método IFDC en un analizador de combustión.

<sup>c</sup> El contenido de humedad se determinó en una muestra sin moler usando el método de desecador al vacío para la prueba 7-1308. El contenido de humedad de las muestras 1 y 2 de la prueba 7-1309 se determinó en una muestra sin moler usando el método de horno al vacío y el método de desecador al vacío, respectivamente.

<sup>d</sup> No se realizaron análisis químicos.

El contenido total de azufre de la muestra 1 para la prueba 7-1308 fue de 18,1 % (en peso). Para la prueba 7-1309, el contenido total de azufre de la muestra 2 fue de 13,7 % (en peso).

Tabla 5. Contenido de humedad de las muestras en varias corrientes de proceso

| Número de prueba | No. muestra | Contenido de humedad de diferentes corrientes de proceso <sup>a</sup> (%) |            |                   |          |
|------------------|-------------|---------------------------------------------------------------------------|------------|-------------------|----------|
|                  |             | Reciclaje                                                                 | Granulador | Secador/enfriador | Producto |
| 7-1308           | 1           | — <sup>b</sup>                                                            | —          | —                 | —        |
|                  | 2           | 2,63                                                                      | 3,49       | 2,67              | 2,56     |
| 7-1309           | 1           | 1,28                                                                      | 1,65       | 1,40              | 1,76     |
|                  | 2           | 2,04                                                                      | 2,80       | 2,45              | 2,43     |

<sup>a</sup> El contenido de humedad de la muestra 1 para ambas pruebas se determinó usando el método de horno al vacío en una muestra sin moler. El contenido de humedad de la muestra 2 para ambas pruebas se determinó usando el método de desecador al vacío en una muestra sin moler. Se recolectaron muestras compuestas durante la última hora de operación.

<sup>b</sup> No se recolectaron muestras.

- 5 El contenido de humedad aumentó a medida que más suspensión de partículas de azufre micronizado con agua se alimentada al sistema. A pesar de que el contenido de humedad está por encima de 1,0 % (en peso), el producto parecía duro al tocar. Las mediciones tomadas durante la operación de la planta con un analizador de humedad mostraron valores de humedad para la descarga del granulador en el rango de 0,1 % (en peso) y 1,2 % (en peso). Estos valores se usan para el control de procesos como una guía para ajustar las variables de proceso. Durante las pruebas, la humedad ambiental fue alta, lo que llevó a un mayor nivel de humedad en el producto.
- 10

- 15 El contenido de biuret de las muestras fue alto debido al tiempo de residencia de la urea fundida en el fundidor de urea. Es bien conocido por aquellos expertos en la técnica que el contenido de biuret aumenta rápidamente a medida que la fusión de urea se mantiene más tiempo en el almacenamiento o en las líneas de alimentación. Se analizaron muestras del prilado de urea alimentadas al fundidor de urea y a la urea fundida para determinar el contenido de biuret. Todas las muestras de urea fundida se tomaron 30 minutos antes de la finalización de las pruebas. El contenido de biuret del prilado de urea fue de 0,36 % (en peso).

El contenido de biuret de la urea fundida de las pruebas 7-1308 y 7-1309 fue de 7,66 % (en peso) y 4,20 % (en peso), respectivamente.

### *Ejemplos de propiedades físicas*

- Las pruebas de propiedades físicas se realizaron en las muestras de producto de las pruebas 7-1308 y 7-1309 de acuerdo con el Manual para Determinar las Propiedades Físicas del Fertilizante (IFDC R-10). Las propiedades físicas seleccionadas fueron el análisis de tamaño por el método de tamizado seco (IFDC S-107, procedimiento 1), la resistencia a la trituración de gránulos (IFDC S-115), la resistencia a la abrasión (IFDC S-116), la humedad relativa crítica (IFDC S-101) y la absorción-penetración de humedad (IFDC S-100). Antes de realizar los análisis de tamaño, la resistencia a la trituración y las determinaciones de resistencia a la abrasión, las muestras se secaron en un horno de convección a 80 °C hasta que el laboratorio reportó un contenido de humedad menor a 0,5 % (en peso). Todas las muestras se secaron al 0,0 % (en peso) de contenido de humedad. Los resultados de las pruebas de propiedades físicas realizadas en los productos seleccionados se muestran en la Tabla 6 a continuación.

Tabla 6. Propiedades físicas de los productos

| Propiedad física                                                                          | Identificación de la muestra |               |
|-------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------|---------------|
|                                                                                           | Prueba 7-1308                | Prueba 7-1309 |
| <b>Análisis de tamaño<sup>a</sup></b><br>(porcentaje acumulado retenido en visualización) |                              |               |
| 4,00 mm                                                                                   | 23,0                         | 20,1          |
| 3,35 mm                                                                                   | 43,0                         | 43,4          |
| 2,80 mm                                                                                   | 72,8                         | 79,7          |
| 2,36 mm                                                                                   | 97,4                         | 99,3          |
| 2,00 mm                                                                                   | 99,6                         | 99,7          |
| 1,70 mm                                                                                   | 99,7                         | 99,8          |
| Número de guía de tallas (SGN, por sus siglas en inglés)                                  | 322                          | 325           |
| <b>Fuerza de trituración de gránulos<sup>b</sup></b><br>(fracción de -2,80 mm + 2,36 mm)  |                              |               |
| Promedio, kg/gránulo                                                                      | 2,87                         | 2,34          |

| Propiedad física                                                                   | Identificación de la muestra |               |
|------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------|---------------|
|                                                                                    | Prueba 7-1308                | Prueba 7-1309 |
| Rango, kg/gránulo                                                                  | 1,95 - 4,45                  | 1,75 - 3,20   |
| <b>Resistencia a la abrasión<sup>c</sup></b><br>(% de degradación)                 | 0,77                         | 0,66          |
| <b>Humedad relativa crítica<sup>d</sup> (%)</b>                                    | 75 - 80                      | 75 - 80       |
| <b>Absorción-penetración de humedad<sup>e</sup></b><br>(72 horas a 30 °C, 80 % HR) |                              |               |
| Absorción de humedad, mg/cm <sup>2</sup>                                           | 110,47                       | 142,15        |
| Penetración de humedad, cm                                                         | 3,16                         | 2,49          |
| Capacidad de retención de humedad, mg/cm <sup>3</sup>                              | 34,94                        | 59,72         |
| Capacidad de retención de humedad, %                                               | 4,32                         | 7,58          |
| Integridad de gránulos, húmedo                                                     | Pobre                        | Pobre         |

<sup>a</sup> Determinado de acuerdo con el procedimiento (IFDC S-107) descrito en el Manual para la Determinación de las Propiedades Físicas del Fertilizante (IFDC-R-10).

<sup>b</sup> Determinado de acuerdo con el procedimiento (IFDC S-115) descrito en el Manual para la Determinación de las Propiedades Físicas del Fertilizante (IFDC-R-10).

<sup>c</sup> Determinado de acuerdo con el procedimiento (IFDC S-116) descrito en el Manual para la Determinación de las Propiedades Físicas del Fertilizante (IFDC-R-10).

<sup>d</sup> Determinado de acuerdo con el procedimiento (IFDC S-101) descrito en el Manual para la Determinación de las Propiedades Físicas del Fertilizante (IFDC-R-10).

<sup>e</sup> Determinado de acuerdo con el procedimiento (IFDC S-100) descrito en el Manual para la Determinación de las Propiedades Físicas del Fertilizante (IFDC-R-10).

### *Análisis de tamaño*

- El análisis de tamaño de los productos fertilizantes se define como el rango de diámetro de partícula del material. Típicamente se mide por tamizado, un proceso de separación de una mezcla de partículas de acuerdo con su fracción de tamaño. El análisis de tamaño de los productos muestra que entre 76,6 % y 79,6 % del material estuvo entre 2,00 mm y 4,00 mm, para muestras recolectadas de las pruebas 7-1308 y 7-1309, respectivamente. El número de guía de tamaño (SGN) es el diámetro, expresado en milímetros x 100, de los gránulos de fertilizante basados en la mediana (o punto medio) dentro de la muestra. Significa que la mitad de los gránulos de fertilizante son más grandes que el SGN indicado y la mitad son más pequeños. Esto se determina al pasar el fertilizante a través de varios tamices y usando las cantidades retenidas por cada uno. Los valores SGN de los productos de azufre-urea variaron

de 322 a 325 para muestras de las pruebas 7-1308 y 7-1309, respectivamente. El SGN es el resultado del proceso de granulación y los tamaños de tamiz usados en el sistema de visualización de la planta de granulación.

#### *Ejemplos de resistencia a la trituración de gránulos*

- 5** La resistencia a la trituración se define como la fuerza mínima requerida para aplastar partículas individuales. La resistencia a la trituración se mide al aplicar una presión a gránulos individuales, usualmente de un rango de tamaño especificado (-2,80 mm a +2,36 mm), y registrar la presión necesaria para fracturar cada gránulo. La resistencia a la trituración de gránulos es útil para predecir las propiedades de manipulación y almacenamiento esperadas
- 10** de un fertilizante granular y determinar los límites de presión que se pueden aplicar durante el almacenamiento de bolsas y a granel. La resistencia a la trituración de los productos de azufre micronizado-urea estuvo en el rango de 2,34 kg/gránulo y 2,87 kg/gránulo, como se muestra en la Tabla 6 anterior. En la producción comercial, la resistencia a la trituración de los gránulos de urea se puede aumentar al adicionar un agente de unión que es principalmente
- 15** un producto químico a base de formaldehído. Sin embargo, las puntas de urea que se obtuvieron para los ensayos fueron urea de grado animal que no contiene aglutinante a base de formaldehído. El producto químico aglutinante no fue adicionado ya que el producto tuvo suficiente resistencia a la trituración de gránulos, incluso en ausencia de producto químico aglutinante. Si se desea, la adición de un químico aglutinante aumentaría la resistencia a la
- 20** trituración de gránulos de los gránulos.

#### *Resistencia a la abrasión*

- La resistencia a la abrasión es la resistencia a la formación de polvo y finos y a la fractura de gránulos como resultado del contacto entre gránulos y gránulos y equipos durante la manipulación. La resistencia a la abrasión se determina al medir el porcentaje de polvo y
- 25** finos (porcentaje de degradación) creados al someter una muestra a una acción abrasiva. Los valores de resistencia a la abrasión para los productos de azufre micronizado-urea variaron de 0,66 % a 0,77 % de degradación en las pruebas 7-1309 y 7-1308, respectivamente, como se muestra en la Tabla 6 anterior.

#### *Humedad relativa crítica*

- 30** La humedad relativa crítica (CRH, por sus siglas en inglés) se define como la humedad relativa de la atmósfera a la cual un material absorberá humedad de la atmósfera y por debajo

de la cual no absorberá humedad de la atmósfera. La CRH para los productos de las pruebas 7-1308 y 7-1309 estuvo entre 75 % y 80 % como se muestra en la Tabla 6 anterior. Los valores de CRH no se ven afectados por la presencia de azufre micronizado.

#### *Absorción-penetración de humedad*

**5** La higroscopicidad es el grado en que un material absorberá la humedad de la atmósfera. La higroscopicidad de los fertilizantes es importante cuando se consideran las condiciones bajo las cuales una pila a granel se puede almacenar así como la fluidez del material durante la manipulación y la aplicación en el campo. Los materiales fertilizantes varían en su capacidad para soportar el deterioro físico (humectación y ablandamiento) cuando se exponen a una atmósfera húmeda. Incluso los materiales con aproximadamente la misma CRH a menudo se comportan de manera diferente como resultado de las diferencias en la “capacidad de retención de humedad”; por lo tanto, la determinación de CRH por sí sola no es suficiente para indicar la higroscopicidad de un fertilizante.

**15** La higroscopicidad de los fertilizantes se compara al imponer varios períodos de exposición húmeda en muestras contenidas en vasos de vidrio abiertos completamente llenos. Las pruebas de higroscopicidad consisten en: (1) absorción de humedad, que es la tasa de captación de humedad por unidad de superficie expuesta; (2) penetración de humedad, que es la profundidad de penetración de humedad (humectación visible del material); (3) capacidad de retención de humedad, que es la cantidad de humedad que las partículas individuales de fertilizante absorberán antes de permitir que la humedad sea transferida por acción capilar a las partículas adyacentes; y (4) integridad de los gránulos húmedos, que se determina cualitativamente por el manejo de la capa superficial superior de una muestra después de que ha sido expuesta a una atmósfera húmeda. La integridad del gránulo se califica como excelente, buena, justa o pobre. La integridad del gránulo es una observación **20** cualitativa basada en la resistencia de la capa superficial superior de los gránulos después de la exposición por 72 horas. Una calificación de “excelente” indica que no hay signos de degradación, y “buena” indica una leve degradación del material. Con una calificación de “justa”, el material se ha degradado, pero un núcleo sólido permanece. Una calificación de “pobre” indica que el material ya no mantiene su forma original.

**30** Todos los valores de absorción y penetración de humedad para productos micronizados con urea de las pruebas 7-1308 y 7-1309 se muestran en la Tabla 6 anterior. Los valores de absorción de humedad para los productos de azufre-urea estuvieron entre 110,47 miligramos por centímetro cuadrado ( $\text{mg}/\text{cm}^2$ ) y 142,15  $\text{mg}/\text{cm}^2$ . La profundidad de

penetración de humedad de los productos de azufre-urea estuvo en el rango de 2,49 cm y 3,16 cm. La capacidad de retención de humedad para los productos granulares de azufre-urea fue de entre 33,76 miligramos por centímetro cúbico ( $\text{mg}/\text{cm}^3$ ) y 59,72  $\text{mg}/\text{cm}^3$ . La integridad del gránulo de los gránulos húmedos fue pobre para todos los productos.

**5** *Micrografía de barrido de electrones (SEM) e imagenología de rayos X de dispersión de energía (EDX, por sus siglas en inglés) de gránulos*

De acuerdo con una modalidad ejemplar, las muestras granulares se seleccionaron al azar y se cortaron cuidadosamente por la mitad usando una cuchilla quirúrgica estéril. Cada gránulo se cortó individualmente a una mitad plana y se montó en un soporte de muestra usando una cinta de carbono. Las muestras se recubrieron con una capa delgada (10-15 nm) de oro para ayudar a reducir la carga de la muestra y mejorar la calidad de la imagen. Las muestras recubiertas se colocaron posteriormente en el soporte de la muestra del instrumento SEM para su análisis a aumentos (80x, 350x and 500x) como se ilustra en la Figura 3. Una imagenología de EDX de azufre en combinación con la imagenología de SEM también se obtuvo a aumentos (80x, 350x and 500x) como se ilustra en la Figura 4. En este ejemplo, el área/campo de visión del gránulo se seleccionaron aleatoriamente para evitar la fijación en un área determinada así como para evitar la degradación de la muestra con el tiempo. Las micrografías de SEM y SEM/EDX demuestran que las partículas de azufre micronizado se distribuyen homogéneamente a lo largo del gránulo de azufre micronizado con urea, como se ilustra en las partículas de azufre, que se muestran en blanco/gris claro en las Figuras 3 y 4.

Si bien la invención anterior ha sido descrita con algún detalle para fines de claridad y comprensión, será apreciada por aquellos con conocimientos ordinarios, una vez que se hayan familiarizado con esta divulgación, que se pueden hacer varios cambios en la forma y el detalle sin apartarse del verdadero alcance de la invención en las reivindicaciones adjuntas. Por lo tanto, la invención no se debe limitar a los componentes exactos o detalles de la metodología o construcción establecidos anteriormente. Excepto en la medida necesaria o inherente a los propios procesos, no se pretende ni se implica ningún orden particular de los pasos o etapas de los métodos o procesos descritos en esta divulgación, incluidas las figuras. En muchos casos, el orden de los pasos del proceso puede variar sin cambiar el propósito, el efecto o la importancia de los métodos descritos.