



22 JUL. 1911

PATENTE DE INVENCION.
=====

O.Z. 15.280.
=====

1 94 01 9

194019

MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Procedimiento para la obtención de urea".

SOLICITANTES: BADISCHE ANILIN & SODA-FABRIK (I.G.
Farbenindustrie Aktiengesellschaft
"In Auflösung") domiciliados en
(22b) Ludwigshafen a/Rh, Alemania.

Es sabido que en la reacción de bióxido de carbono y amoniaco, para formar la urea, el material de los aparatos está expuesto a corrosiones por los efectos de la mezcla de reacción y especialmente por determinadas impurezas

5. de los gases iniciales. Desde hace bastante tiempo se sabe que se puede mejorar la resistencia y duración de los aparatos, si se cuida de apartar el oxígeno, y de acuerdo con una reciente propuesta se han de eliminar cuidadosamente de los gases

10. iniciales, antes de proceder a la síntesis de la urea, los compuestos de azufre, tanto los inorgánicos, por ejemplo, el sulfuro de hidrógeno, como los orgánicos, y entre éstos particularmente el oxisulfuro de carbono.

1940 JUL



- Ahora bien, hemos hecho la sorprendente observación de que las escasas cantidades de óxido de carbono que
15. acompañan generalmente el bióxido de carbono, ejercen sobre los aparatos para la obtención de urea, un efecto perjudicial parecido al causado por oxígeno y compuestos de azufre, y hemos descubierto que se consigue una mejora adicional en la resistencia, hasta de los materiales, tales como aceros
20. especiales, químicamente resistentes, y aleaciones de níquel, cuya utilización para la construcción de los aparatos destinados a la síntesis de la urea, significan un notable progreso, si se elimina cuidadosamente del gas, destinado a formar urea, también el óxido de carbono:
25. El efecto perjudicial del óxido de carbono no fué descubierto hasta ahora, tal vez porque el óxido de carbono pos sí solo en contacto con las aleaciones y en ausencia de bióxido de carbono y amoniaco, no ataca prácticamente las aleaciones de cobre-níquel, tal como se emplean para
30. instalaciones de obtención de urea, tampoco a presión elevada y en caliente. Pero, si se hace reaccionar en un recipiente a presión, compuesto de una aleación de este tipo, carbamato amónico bajo presiones de óxido de carbono de 10 a 30 atm. obteniendo urea, dicha aleación es tan fuertemente atacada
35. que la resultante urea viene a contener algunas décimas de por ciento, de cobre y níquel; en cambio, la urea obtenida en las mismas condiciones, pero sin la adición de óxido de carbono, contiene tal vez algunas centésimas de por ciento de dichos metales.
40. Se procede adecuadamente a la eliminación del óxido de carbono, separándolo del bióxido de carbono destinado a la síntesis de la urea a continuación de la purificación del anhídrido carbónico de los compuestos de azufre, en cuya ocasión queda también eliminado del gas el oxígeno por medio

194019^{82 JUL}



45. de compuestos de hidrógeno, presente en el bióxido de carbono que se obtiene del gas de agua.

Por tanto, el gas de bióxido de carbono, librado en la forma usual de sulfuro de hidrógeno a temperatura moderadamente elevada, por ejemplo, mediante tratamiento con carbón activo, después de la adición de oxígeno y algo de amoniaco, se hace pasar, para eliminar los compuestos orgánicos de azufre y después de comprimirlo a la presión precisa para la síntesis de la urea, sobre un carbón activo preparado a partir de hulla (véase la patente alemana nº 463.772) y a continuación, para eliminar los últimos restos de azufre orgánicamente combinado, dicho bióxido de carbono pasa en caliente y en presencia de humedad por encima de masas que se combinan con el azufre, preferentemente aquellas que contienen cobre y níquel, y entonces se elimina el óxido de carbono contenido en el gas mediante oxidación catalítica, formando bióxido de carbono.

A este objeto sirven los conocidos catalizadores oxidantes que contienen manganeso y cobre. Pero, como quiera que el gas ha perdido en la fase anterior de purificación, aparte de los compuestos de azufre, también el oxígeno, se tendría que añadir oxígeno para la oxidación del óxido de carbono, lo cual resultaría dificultoso por la elevada presión a que está sometido el gas.

Ahora bien, hemos descubierto que se puede prescindir de una nueva adición de oxígeno, realizando la eliminación de los restos de azufre orgánicamente combinado, con masas que contienen cobre y níquel, solamente a temperaturas tan altas que, si bien quedan todavía eliminados por completo los compuestos orgánicos de azufre, no se ponga aún el oxígeno, en cantidades apreciables, en reacción con las cantidades mezcladas de hidrógeno, contenidas casi

1 94 01 9 22 JUL



- 4 -

siempre en el bióxido de carbono que se obtiene del gas de agua.

- Normalmente serán suficientes las temperaturas que no excedan de unos 110° C., mientras hasta ahora se ha trabajado a unos 220° C. para eliminar, junto con los restos del azufre orgánicamente combinado, el oxígeno igualmente perjudicial, para la síntesis de la urea. Ahora, al emplear las temperaturas más reducidas que hemos mencionado, se conserva el oxígeno quedando a disposición para la consiguiente eliminación del óxido de carbono, combinándose con él y formando bióxido de carbono. De antemano se puede dosificar la adición de oxígeno, para que en esta última fase de purificación se oxiden también, junto con el óxido de carbono, las cantidades mezcladas de hidrógeno que hemos mencionado, bajo el efecto de los catalizadores que contienen manganeso y cobre, de forma que tampoco habrá que temer un ataque perjudicial del hidrógeno sobre el material de los aparatos. Estos catalizadores, a las temperaturas entre unos 150 - 170° C, tienen por efecto una oxidación suficientemente completa, tanto del óxido de carbono, como también del hidrógeno.

EJEMPLO.

- A través de un tubo de alta presión, de un volumen de 1 m³, relleno de unos 500 kgs. de un carbón activo obtenido de acuerdo con la patente alemana nº 463.772, partiendo de carbón de hulla, se hace pasar a 40° C. y una presión de 150 atm., un gas del que antes se han eliminado los compuestos inorgánicos de azufre y que contiene el 98'5% de bióxido de carbono. La cantidad que pasa por hora es de 2.700 kgs. conteniendo 0'120 kgs. de azufre orgánicamente combinado; 7'69 kgs. de oxígeno; 2'65 kgs. de óxido de carbono; 0'765 kgs. de hidrógeno y 3'75 kgs. de nitrógeno.

22 JUL



Al salir del tubo, el gas contiene solamente 0'006 kgs. por hora de azufre orgánicamente combinado.

110. A continuación se calienta el gas a 110° C., conduciéndolo a través de un segundo tubo de alta presión e igual volúmen, relleno de 500 kgs. de una masa compuesta de una substancia portadora y precipitados sobre ella cobre y níquel finamente repartido. Al salir de este tubo, el gas
115. ya no contiene azufre orgánicamente combinado.

- Ahora se calienta el gas a 170° C. y se le conduce a través de un tercer tubo de alta presión, de iguales dimensiones, relleno de 500 kgs. de un catalizador oxidante que fué preparado de óxidos de manganeso y cobre. El gas caliente
120. ya no contiene óxido de carbono y óxígeno. Tampoco contiene el gas cantidades apreciables de hidrógeno. Ahora se le emplea, conjuntamente con amoniaco, en forma conocida, para la síntesis de la urea.

N O T A.

125. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental, siendo lo que constituye
130. la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España: "Procedimiento para la obtención de urea", caracterizándose por lo siguiente:

- 1.- Procedimiento para la obtención de urea, par-
135. tiendo de bióxido de carbono y amoniaco, caracterizado porque se elimina del bióxido de carbono que ha de ponerse en reacción, no solamente los compuestos inorgánicos y orgánicos de azufre, sino también el óxido de carbono.

194013³ JUL



2.- Procedimiento, según reivindicación 1ª,
140. caracterizado porque después de eliminar los compuestos
de azufre mediante carbón activo y oxígeno y a continuación
con masas que se combinan con azufre y que contienen pre-
ferentemente cobre y níquel, se hace pasar el bióxido de
carbono por encima de catalizadores que contienen manganeso
145. y cobre, a temperaturas de unos 150 a 170º C. con objeto
de oxidar el óxido de carbono y cantidades tal vez presentes
de hidrógeno.

3.- Procedimiento, según reivindicaciones 1ª y 2ª,
caracterizado porque se realiza el tratamiento con masas
150. absorbentes de azufre, a temperaturas que no exceden de unos
110º C. dosificando la adición de oxígeno durante el
tratamiento con carbón activo de tal modo para que resulte
suficiente durante la subsiguiente oxidación del óxido
de carbono e hidrógeno.

155. 4.- Procedimiento para la obtención de urea; tal y
como queda substancialmente descrito en la presente memoria
que consta de seis hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 22 JUL. 1950

BADISCHE ANILIN- & SODA-FABRIK.

(I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft "In Auflösung").

Per Poder de J. GOMEZ ACEVEDO