

AÑO 1959

Expediente núm. _____



248015'

REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

248015

PATENTE DE INVENCION

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de

una **PATENTE DE** INVENCION por **VEINTE** años, en España

a favor de

INVENTA A.G. FÜR FORSCHUNG UND de nacionalidad
PATENTVERWERTUNG,
suiza domiciliado en Talacker 16, Zurich,

calles Suiza.

por:

UN PROCEDIMIENTO Y UN APARATO PARA LA FABRICACION DE
"UREA"

Nº 13543

Agente Sr. ELZABURU

4 MAY. 1959

P-18.058



OZ. 151

REHECHA I.

248015

MEMORIA DESCRIPTIVA
para solicitar
P A T E N T E D E I N V E N C I O N
en
E S P A Ñ A
por VEINTE años

a nombre de INVENTA A.G. FÜR FORSCHUNG UND PATENTVERWERTUNG,
entidad suiza, establecida en Talacker 16, Zurich, Suiza,
por:

* UN PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE UREA.*

La síntesis de la urea a partir de amoníaco y ácido carbónico a presión se realiza actualmente, por lo general, en un solo recipiente. Por lo tanto, en una cámara de reacción tienen lugar dos reacciones, desarrollándose la primera a carbamato amónico con un gran desprendimiento de calor y la segunda a urea con desdoblamiento simultáneo de agua con ligero consumo de calor. La reacción exotérmica debería desarrollarse a baja temperatura, y la endotérmica, a elevada temperatura. Un punto óptimo definido no se puede conseguir en un mismo recipiente para las dos reacciones. La posibilidad

5

10

248015



5 de conseguir esta finalidad es menor todavía por el hecho de que a causa de la turbulencia de la mezcla de síntesis, la cual es provocada por la intensidad de la reacción de la formación exotérmica de carbamato amónico, no todos los componentes reaccionantes permanecen en la cámara durante el tiempo de reacción previsto, es decir que una parte del amoníaco, del anhídrido carbónico y del carbamato amónico abandona la cámara de reacción después de un demasiado corto periodo de permanencia, mientras que una parte de la mezcla, de síntesis se demora demasiado tiempo. Todo esto favorece la indeseable reacción secundaria de la formación de biuret.

10 Es sabido que la formación de biuret puede ser retardada por medio de amoníaco en exceso. Además, un exceso de amoníaco provoca también una mayor transformación del carbamato amónico en urea. Sin embargo, si se emplea un convertidor corriente no actúa entonces plenamente el exceso de amoníaco puesto que el NH_3 existente en estado hipercrítico atraviesa la cámara relativamente deprisa y el exceso existente a la entrada no se mantiene durante el tiempo de permanencia previsto. El amoníaco en exceso aumenta los gases de escape que, según los procedimientos conocidos hasta ahora, son devueltos al recipiente de reacción sólo después de una expansión intermedia o total.

25 La recirculación de los gases residuales fué ensayada anteriormente después de la expansión y descomposición del carbamato amónico, con compresores a elevada temperatura. A causa de enfriamientos locales y a los consiguientes depósitos de carbamato amónico sólido en las válvulas del compresor, este procedimiento no ha dado resultado. Otro procedi-

248015



miento de recirculación consiste en bombear de vuelta en el auto clave el carbamato amónico en amoníaco líquido y agua. Para llevar a cabo este procedimiento, el carbamato amónico tiene que ser descompuesto, separado por destilación de la mezcla de síntesis en forma de amoníaco y anhídrido carbónico, tiene que seguir pasando por el refrigerador y, disuelto o suspendido en amoníaco líquido con adición simultánea de agua, hay que bombearlo en el autoclave con ayuda de bombas especiales.

Se ha descubierto ahora que a partir de carbamato amónico preparado por reacción de amoníaco y anhídrido carbónico con evacuación simultánea del calor desprendido y en presencia de amoníaco en exceso, se puede preparar urea a elevada presión y alta temperatura agregando a una cámara de reacción amoníaco en exceso además del carbamato amónico fundido, en donde una parte del amoníaco en estado hipercrítico se toma directamente de la mezcla de síntesis y se la hace circular total o parcialmente en la cámara de reacción. El carbamato amónico necesario para la transformación a urea puede obtenerse en principio de cualquier forma conocida, en forma sencilla haciendo reaccionar anhídrido carbónico y amoníaco en recipientes de reacción bajo enfriamiento. Por supuesto resulta ventajoso enfriar solamente hasta el punto de que el carbamato amónico resultante salga en estado fluido, de forma que, por ejemplo, con bombas o saramente por la acción de la elevada presión, pueda ser transportado a un segundo recipiente de reacción adicional, en el cual tiene lugar la transformación en urea después de la adición de amoníaco en exceso. Pero de preferencia se prepara el carbamato amónico en un sistema tubular refrigerado, al cual se agrega escalonadamente amoníaco y anhi-

248015

- 4 -



drido carbónico a elevada presión y alta temperatura. En principio, en los respectivos tramos de tubo se puede introducir anhídrido carbónico y amoníaco, en cuyo caso de la parte de tubo que sigue al lugar de introducción se evacua el calor desprendido durante la reacción. Más sencillo es el conducir a través del sistema tubular la cantidad total correspondiente a la cantidad deseada de carbamato amónico, por unidad de tiempo de uno de ambos gases de partida, y la adición del segundo gas se realiza entonces escalonadamente, evacuando asimismo simultáneamente el calor desprendido en cada etapa. Entre el sistema tubular, en el que tiene lugar la formación de carbamato amónico, y el recipiente de reacción en el cual selleva a cabo la transformación del carbamato amónico en urea, se intercala ventajosamente un separador, del cual se pueden eliminar por soplado los gases inertes eventualmente existentes. El baño de carbamato liberado de gases inertes se conduce, preferentemente, con la misma presión y temperatura que en la fase del carbamato, el segundo recipiente de reacción, el cual tiene también la forma tubular para evitar tiempos de permanencia demasiado largos. A este segundo recipiente de reacción se le suministra simultáneamente amoníaco en exceso. Esta adición de amoníaco puede hacerse directamente en el segundo recipiente de reacción, o juntamente con el carbamato fundido. El segundo recipiente de reacción tiene lógicamente, que ser calentado, para lo cual se puede emplear el calor producido en la fase del carbamato y que puede ser obtenido en forma de vapor.

Con el gran exceso de amoníaco y, por consiguiente, la elevada reacción (referida al CO_2 suministrado) de carbamato amónico en urea, la mayor cantidad de agua producida pa



ralelamente disuelve casi por completo la cantidad residual de CO_2 relativamente pequeña, existente en el carbamato. Un análisis de la mezcla reaccionante en la cámara de gas de un separador intercalado a continuación del recipiente de reacción, revela que /además del vapor de agua correspondiente a la temperatura/la mezcla gaseosa se compone de 99,7 a 98,7 % en volumen de amoníaco libre y de 0,3 a 1,3 % en volumen de anhídrido carbónico, mientras que en el depósito de dicho separador existen en % en peso, 40% de urea, 12% H_2O , 40% NH_3 y 8% CO_2 . Este gas amoníaco libre, que también existe en el convertidor y solo contiene aproximadamente 1% en volumen de CO_2 , no tiene a la temperatura de reacción relativamente elevada y después de la separación de la fase del depósito, la tendencia a la separación de carbamato amónico sólido. Por lo mismo se le puede tomar de la cámara de gas del separador, y mediante un soplante (sin válvula) o un inyector, se le puede volver a comprimir en la proporción de la pequeña diferencia de presión, y devolverlo a la cámara de reacción.

A base de un croquis se explica a título de ejemplo la práctica del procedimiento.

EJEMPLO I

A un sistema tubular de doble pared 3, el cual está revestido de acero inoxidable o de una aleación compuesta principalmente de cromo y níquel y, eventualmente, molibdeno con un poco de hierro, se suministra amoníaco líquido por medio de una bomba 1, y a través de otra bomba o de un compresor 2 se agrega escalonadamente tal cantidad de anhídrido

248015



59

carbónico, que el calor de la reacción se puede evacuar por la pared del correspondiente tramo de tubo, y ser nuevamente recuperado en forma de vapor. La temperatura de la mezcla reaccionante debe ser superior al punto de fusión del carbamato, aunque no rebasar los 170°. La presión es de 195 atm. La adición de anhídrido carbónico se realiza hasta llegar a la relación estequiométrica, es decir, hasta que ambos componentes se han transformado en carbamato amónico. El carbamato amónico líquido es conducido a un separador 4, del cual se pueden eliminar por soplado a través del conducto 5 los gases inertes existentes eventualmente en el anhídrido carbónico. El baño de carbamato amónico fluye seguidamente a un segundo sistema tubular caldeado 6, el cual se conserva a una temperatura de unos 175° C., y a una presión prácticamente igual (como en el sistema 3). A este segundo sistema tubular, además del carbamato amónico procedente del sistema 3, se le suministran por el conducto 8 las cantidades de amoníaco que, por una parte, han recirculado a través del soplante 7 desde el separador 10 y, por otra parte, como NH₃ nuevo, pasan sobre la relación estequiométrica en el sistema 3 y corresponden a la diferencia correspondiente al análisis del depósito antes mencionado. En el prensaestopas del soplante, el bajo contenido de anhídrido carbónico en el amoníaco puede ofrecer dificultades. Estas se pueden eliminar si se agregan a un prensaestopas previo una corriente parcial del amoníaco a añadir, el cual es calentado hasta la temperatura de reacción a través de un calentador 9.



EJEMPLO II

248015

5 Con un conjunto de aparatos igual en términos generales, se agregan al sistema tubular 3 escalonada y simultáneamente NH_3 y CO_2 en la relación estioquímica, en tales cantidades respectivamente que se pueda evacuar el calor de la reacción. La presión es de 260 atm. El bafío formado de carbamato amónico circula, después de atravesar el separador 4, por el sistema tubular 6, el cual se conserva a una 10 temperatura de 195°. La nueva cantidad de amoníaco suministrada por el conducto 8 tiene una presión más elevada, por ejemplo de 280 atm., y acciona (en lugar del soplante 7) a un inyector, el cual provoca la recirculación del amoníaco desde el separador 10 hacia el sistema tubular 6. La transformación referida al suministro de CO_2 es de un 75%.

15 Mientras que en un convertidor y con un pequeño exceso de NH_3 , por encima de la relación estioquímica de entrada de 2NH_3 a CO_2 , sólo se consigue una transformación del carbamato en urea en un 50% aproximadamente, en el aparato 20 antes mencionado y con un exceso de NH_3 de aproximadamente un 225%, esta reacción aumenta hasta un 71-75%. El contenido de CO_2 en la mezcla de salida disminuye al mismo tiempo por tonelada de urea desde unos 800 hasta 300 kgs. Sin la mencionada recirculación directa, el contenido de NH_3 subiría desde unos 800 hasta 2000 Kgs de urea. De estos 2000 Kgs., 1000 25 Kgs. pueden recircular a través del soplante 7, por lo que en la mezcla de salida sólo existen los restantes 1000 Kgs.

30 En una síntesis de urea, en la que los gases de escape de amoníaco y anhídrido carbónico procedentes del depósito no vuelven al recipiente de reacción, sino que son trans



formados en otra forma, por ejemplo, en nitrito amónico, se tienen con el procedimiento sugerido por el invento las siguientes ventajas en comparación con los procedimientos conocidos hasta ahora.

5 1/.- En ambos sistemas tubulares, ninguna parte de los agentes reaccionantes puede atravesar el recinto sin permanecer el tiempo previsto. De este modo aumenta el rendimiento frente al procedimiento con un convertidor, mientras que, por otra parte, se evita un tiempo de permanencia demasiado
10 largo, lo cual permite conseguir una reducción de la formación de biuret.

 2/.- En el sistema tubular de la reacción de urea se conserva la relación de exceso de amoníaco (al contrario que en el procedimiento con convertidor) durante todo el tiempo de permanencia. Con esto disminuye el tiempo de reacción
15 necesario.

 3/.- La cantidad de CO_2 perdida disminuye en más del 60%.

 4/.- El consumo de corriente disminuye en un 30% aproximadamente.
20

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Suiza el 20 de Mayo de 1.958, bajo el Número 59.711, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto-Ley sobre Propiedad Industrial.
25

N O T A

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Inven
30 ción en España por VEINTE años, son los siguientes:

248015



1959

5 1º. - Procedimiento para la fabricación de urea a partir de carbamato amónico obtenido por reacción de anhídrido carbónico y amoníaco, caracterizado porque a una cámara de reacción, además del carbamato amónico fundido, se le agrega amoníaco en exceso, en donde una parte del amoníaco en estado hiperocrítico se toma directamente de la mezcla reaccionante de salida, y recircula total o parcialmente por el recinto de reacción.

10 2º. - Procedimiento para la preparación de urea según la reivindicación 1, en el que el carbamato amónico es preparado en un sistema tubular refrigerado al que se le suministran escalonadamente los agentes reaccionantes, NH_3 y CO_2 , en tal cantidad que el correspondiente calor de reacción se pueda evacuar en el tramo de tubo pertinente a temperaturas por encima del punto de fusión del carbamato amónico del cual se eliminan a continuación los gases inertes introducidos eventualmente con el anhídrido carbónico.

15 3º. - Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la transformación de carbamato amónico en urea se realiza a una presión de 100-300 atm y a una temperatura de 170-200 °C.

20 4º. - Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la cámara de reacción se compone de un sistema tubular susceptible de calentamiento.

25 5º. - Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la cantidad de NH_3 no disuelta recircula sin expansión intermedia.

30 6º. - Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque a la cámara de reacción, además de la cantidad de NH_3 recirculada, se le agrega también la cantidad



de NH_3 nuevo que corresponde a la cantidad de NH_3 disuelta en la mezcla de salida.

5 7^a. - Procedimiento según la reivindicación 1 y reivindicación 2, caracterizado porque la formación de carbamato amónico se realiza a una presión de 100 - 300 atm. y a una temperatura que oscila entre su punto de fusión y 170^o C.

10 8^a. - Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque la aportación escalonada de los agentes reaccionantes se efectúa agregando, bien CO_2 escalonadamente a toda la cantidad de NH_3 , o bien NH_3 escalonadamente a toda la cantidad de CO_2 .

15 9^a. - Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque la aportación escalonada de los agentes reaccionantes se hace agregando escalonadamente, tanto NH_3 como CO_2 .

20 10^a. - Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 6, caracterizado porque la cantidad de NH_3 nuevo se suministra total o parcialmente al prensaestopas del soplante de recirculación.

25 11^a. - Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 5, caracterizado porque como órgano de recirculación se emplea un inyector, el cual es accionado con NH_3 nuevo, el cual se suministra total o parcialmente con una presión correspondientemente más elevada.

12^a. - Un procedimiento para la fabricación de urea.

248015



Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en el dibujo que se acompaña, y para los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de diez hojas y la presente es-
critas a máquina por una sola de sus caras.

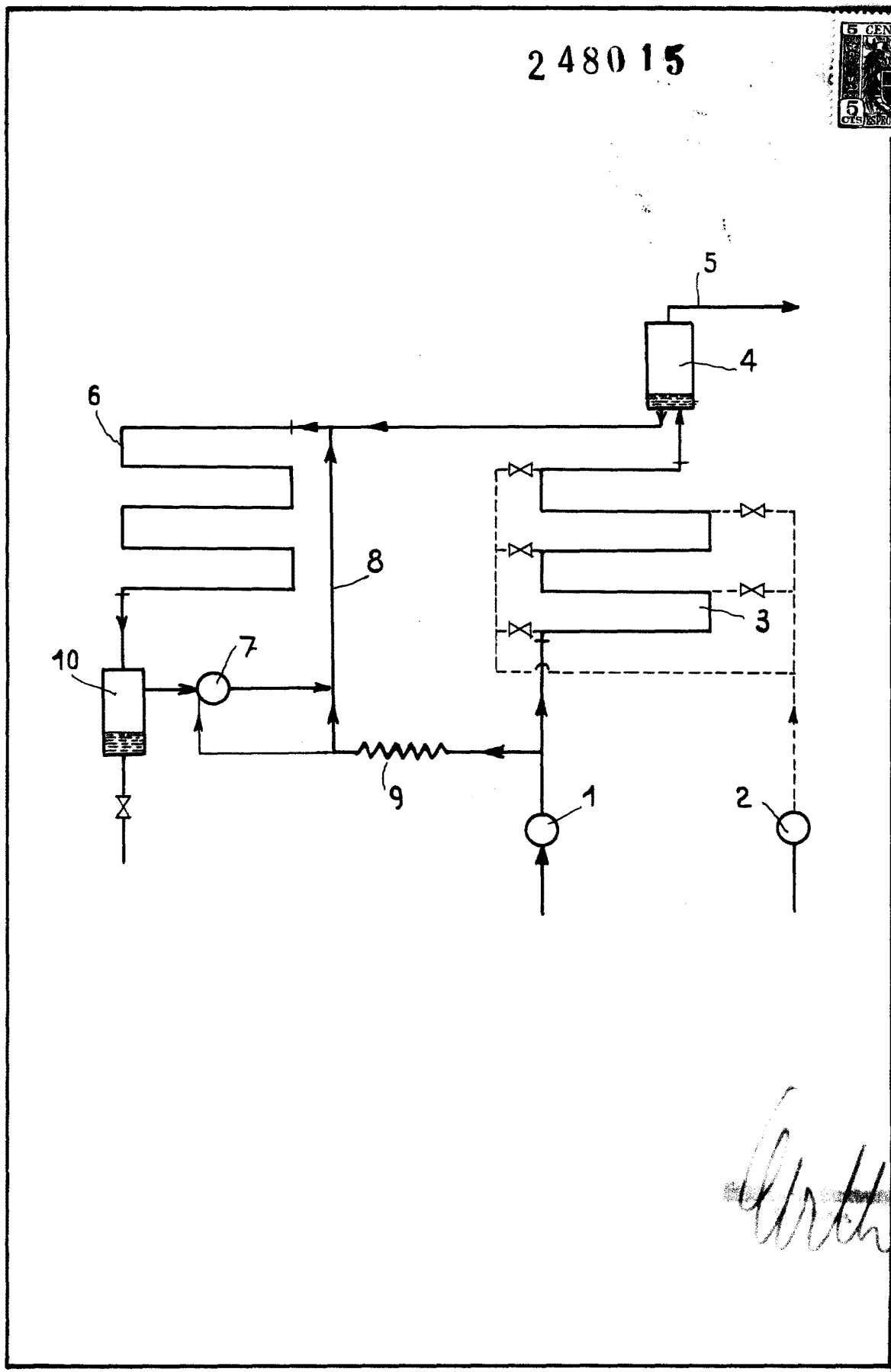
5

Madrid, - 4 MAY. 1958

P. A.

Alberto de Elzaburu
Por Poder

248015



Arth