

254145  
12 DIC. 1959

1.- 70.850

1262 3 (Div)



254145

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

LA PATENTE DE INVENCION

en

ESPAÑA

por VEINTE años

a nombre de STAMMBAUM S.V., sociedad holandesa establecida en  
2 van der Maesenstraat, Leiden, Holanda, por:

" UN APARATO PARA LA PREPARACION DE UREA "

La presente invención se refiere a un aparato para la  
preparación de urea partiendo del amoníaco y del dióxido de  
carbono.

La síntesis de la urea a partir del amoníaco y del dióxi-  
do de carbono se lleva a cabo usualmente llevando el amoníaco  
líquido y el dióxido de carbono al interior de un espacio de reac-  
ción en el que la mezcla de reacción se mantiene a una presión de  
al menos 100 atmósferas y una temperatura de 150 a 200°C. Los  
componentes de reacción reaccionan primero formando carbamato  
de amonio, y esta reacción es seguida por la conversión del car-

25745



barrido de amonio en urea y agua. Ahora bien, esta conversión no es completa; según la temperatura y la presión se alcanza un equilibrio en el cual el grado de conversión es del 40 al 50%. Este equilibrio puede ser adelantado en favor de la formación de urea agregando al espacio de reacción una cantidad de  $\text{NH}_3$  superior a la estequiométrica o, en otros términos, empleando durante la síntesis una relación molar  $\text{NH}_3/\text{CO}_2$  mayor que 2. No obstante, aún así, la conversión del carbonato de amonio en urea y agua dista mucho de ser completa, de modo que el producto en fusión que sale del recipiente de síntesis contiene todavía, además de urea y agua, una cantidad de carbonato de amonio y, si la mezcla de reacción no sido tratada a una relación  $\text{NH}_3/\text{CO}_2=2$ , una cantidad de  $\text{NH}_3$  libre.

Si el producto de reacción de síntesis se expande a una presión suficientemente baja, por ejemplo, a una presión de una atmósfera manométrica, se obtiene una mezcla gaseosa de  $\text{NH}_3$  y  $\text{CO}_2$  además de una solución de urea de aproximadamente un 70% de concentración. El carbonato amónico que queda todavía en la solución puede ser extraído por completo lavando la solución con un gas, por ejemplo, aire, en una columna de lavado o separación.

La reabsorción inmediata de la mezcla gaseosa que contiene  $\text{NH}_3$  y  $\text{CO}_2$ , obtenida por expansión y lavado como antes se ha dicho, en el aparato de síntesis tropieza con dificultades técnicas debido a la formación de carbonato amónico sólido a temperaturas inferiores a  $160^\circ\text{C}$ . Por esta razón, hace mucho que en la práctica se viene tratando simplemente la mezcla gaseosa, si es preciso después de absorción en agua, con sulfato de amónico, cloruro amónico o fluoruro amónico y sosa (vease la literatura de las patentes U.S. nº 2.086.200 y nº 2.087.028). La desventaja de este método consiste en que la producción de urea propiamente dicha

de acopló a la producción en gran escala de como colpuesto al sro-  
gerado.

Para eliminar este inconveniente se han variado proporcionalmente  
las partes de  $\text{NH}_3$ , que se unen a una cantidad de  $\text{CO}_2$  en un aparato  
3 sobre una cantidad de agua u otro líquido en un aparato con  
presión que la presión o concentración atmosférica de  $\text{CO}_2$  que  
se absorbe por como el aparato de síntesis de síntesis  
sin ejercer una influencia demasiado diversa sobre el rendimiento  
de la conversión del carbonato amónico en urea y agua (vease  
10 las Memorias de la patentes U.S. No 2.000.000 y No 2.110.001).  
Ahora bien, siguiendo tales proposiciones se presentan el proble-  
ma de que por una parte solamente es posible obtener una solución  
de urea pura, cuando de  $\text{NH}_3$  y  $\text{CO}_2$  si la urea en fusión se expon-  
de a una presión igual o ligeramente mayor que la atmosférica.  
15 Asimismo, por otra parte, sólo es posible absorber en una peque-  
ña cantidad de agua todo el  $\text{CO}_2$  que no ha sido convertido en  
urea, al tiempo que se forma una solución acuosa de carbonato  
amónico, si la absorción tiene lugar a una presión relativamen-  
te alta, al menos de 10 atmósferas manométricas. Es necesario, por  
tanto, utilizar, además del aparato de síntesis propiamente dicho,  
20 una gran cantidad de equipos auxiliares, es decir, una columna  
de expulsión del  $\text{NH}_3$  libre no convertido, un primer alambique  
de carbonato con condensador, y un segundo alambique de carbonato  
con condensador. Estos alambiques y condensadores funcionan a  
diferentes niveles de presión y, por consecuencia, se necesita  
una considerable inversión en conductos entre dichos aparatos,  
y en válvulas de expansión, bombas y otros dispositivos accesorios  
de seguridad a presión. Además, se complecan al funcionamiento  
y el control. La presente invención tiende a habilitar un aparato  
25 y un procedimiento más sencillos.

254145



5  
10  
15  
20  
25  
30  
35  
40  
45  
50  
55  
60  
65  
70  
75  
80  
85  
90  
95  
100  
105  
110  
115  
120  
125  
130  
135  
140  
145  
150  
155  
160  
165  
170  
175  
180  
185  
190  
195  
200  
205  
210  
215  
220  
225  
230  
235  
240  
245  
250  
255  
260  
265  
270  
275  
280  
285  
290  
295  
300  
305  
310  
315  
320  
325  
330  
335  
340  
345  
350  
355  
360  
365  
370  
375  
380  
385  
390  
395  
400  
405  
410  
415  
420  
425  
430  
435  
440  
445  
450  
455  
460  
465  
470  
475  
480  
485  
490  
495  
500  
505  
510  
515  
520  
525  
530  
535  
540  
545  
550  
555  
560  
565  
570  
575  
580  
585  
590  
595  
600  
605  
610  
615  
620  
625  
630  
635  
640  
645  
650  
655  
660  
665  
670  
675  
680  
685  
690  
695  
700  
705  
710  
715  
720  
725  
730  
735  
740  
745  
750  
755  
760  
765  
770  
775  
780  
785  
790  
795  
800  
805  
810  
815  
820  
825  
830  
835  
840  
845  
850  
855  
860  
865  
870  
875  
880  
885  
890  
895  
900  
905  
910  
915  
920  
925  
930  
935  
940  
945  
950  
955  
960  
965  
970  
975  
980  
985  
990  
995

relacionada a la lavadora, la mezcla de reaccion que pro- viene del recipiente o de los recipientes de sintesis de amon- iaco a una presion de 10 a 15 atmosferas, y se somete, a cierta presion de 10 a 15 y a una temperatura suya para decompo- ner el carbonato amonico, a un proceso de lavado o separa- cion por medio de una corriente inversa de gas inerte que fluye hacia la mezcla de reaccion; los gases espontaneamente desata- blados por la expansion y escape de la mezcla liquida de reacc- ion por el escape de lavado se pasan a traves de una solu- cion de amonaco para eliminar el  $CO_2$ , obteniendose así una solu- cion amoniacal concentrada de carbonato amonico; la mezcla de ga- ses no absorbido se calienta primero para condensar el  $H_2O$  gaseo- so y se lava despues con agua obteniendose un gas inerte lavado para nuevo empleo en el tratamiento de separacion y un liquido amoniacal de lavado al cual por lo cual, en union de una parte de  $H_2O$  antes condensado, se utiliza para la eliminacion del  $CO_2$ ; y la solucion amoniacal concentrada de carbonato amo- nico y el  $H_2O$  condensado se lavan de nuevo a la sintesis.

El tratamiento de lavado para la eliminacion de  $CO_2$  se lleva a cabo preferiblemente de manera que, una vez iniciado el proceso, la mezcla gaseosa que contiene  $H_2$ ,  $CO_2$ , vapor de agua y gas inerte pasa a la solucion amoniacal de carbonato amonico ya formado, esperando su salida o descarga desde la parte inferior de un espacio de lavado, despues de lo cual, los gases que se han sido absorbidos en la solucion de carbonato fluyen hacia arriba e inmediatamente a traves de la solucion amonica que contiene poca agua. De esta manera, la mayor parte del  $CO_2$  se condensa inme- diatamente en solucion de carbonato amonico ya en la base del es- pacio de lavado. El volumen de  $H_2$  liquido que ha de hacerse re- fluir para su empleo en este tratamiento de lavado depende de la



cantidad de  $\text{CO}_2$  a condensar en carbonato amónico. Como aproximación, puede decirse que el calor liberado en la condensación del  $\text{CO}_2$  gasificante como solución de carbonato amónico no debe ser entrado por el  $\text{NH}_3$  líquido de lavado que se vaporiza en el procedimiento de lavado para la eliminación de  $\text{CO}_2$ .

La presente invención incluye un aparato para poner en práctica el nuevo procedimiento. A continuación se describe una realización del invento, a título de ejemplo, con referencia al dibujo esquemático adjunto que ilustra una instalación de síntesis.

Los componentes de reacción,  $\text{NH}_3$  y  $\text{CO}_2$  se llevan al aparato 1 de síntesis de la urea a través de las tuberías 18 y 19 respectivamente. La presión en el autoclave de urea es de 170 a 300 atmósferas. La urea en fusión resultante, que contiene carbonato aún no convertido en urea,  $\text{NH}_3$  disueltos y algo de agua, es expandido a una presión de 10 a 20 atmósferas por medio de la válvula 2, después de lo cual se conduce el producto de reacción a un separador 4 de gases y líquido, a través de un calentador 3.

Desde este separador fluye una solución de urea con carbonato a la misma presión de 10 a 25 atmósferas, al interior de la columna de separación 5 que está provista de serpentines de vapor, y en esta columna la solución es lavada con gas inerte que se hace entrar por la base de la columna a través de la tubería 6.

Por la base de la columna 5 se hace salir a través de la tubería 7 una solución de urea prácticamente exenta de carbonato solución que puede ser sometida a tratamiento con cristales o perlas de urea de la manera usual. Desde la parte alta de la columna 5 sale por la tubería 10 una mezcla de  $\text{NH}_3$ ,  $\text{CO}_2$ , gas de lavado y algo de agua. Juntamente con el gas que se desarrolla de modo

esforzados en la expansión (suberfía 8), la mezcla es conducida a la base de la columna 1, en la cual existe un contacto con anhídrido carbónico gaseoso por la parte alta de la columna a través de la tubería 17, mientras que el resto de la mezcla es conducida a la columna 2 por medio de la tubería 18. En la columna 2, el anhídrido carbónico gaseoso se condensa y el líquido que se forma fluye hacia abajo, en la parte superior de la columna 2, una tubería 19 conduce el líquido hacia un depósito de regulación, el cual puede ser regulado por medio de la tubería 20. Desde el depósito de regulación, el líquido fluye hacia la columna 3 a través de la tubería 21.

En la parte alta de la columna 3, el  $\text{NH}_3$  gaseoso se condensa más gas de lavador o separación, el primero de los cuales se condensa en el condensador 12. Parte del  $\text{NH}_3$  líquido vuelve por reflujo a la columna 3 y el resto va a un depósito de regulación (no indicado en el dibujo) desde el cual el  $\text{NH}_3$  es obligado a proceder al interior del ampolave de urea por medio de la tubería 22.

Del condensador 12 se desecha así mismo una mezcla de condensado de  $\text{NH}_3$  y gas inerte. En un lavador 16, el  $\text{NH}_3$  es lavado con agua que entra por la tubería 23. La solución de  $\text{NH}_4\text{OH}$  a descargar por la base de este lavador se lleva a la parte alta de la columna 9 como líquido lavador, los gases inertes lavados que salen por la parte alta del lavador 16 vuelven a la columna separadora 5 a través de la tubería 24 y de la bomba 20. Como el  $\text{NH}_3$  y el  $\text{CO}_2$  de nueva aportación al ampolave 1 de urea siempre contienen cierta proporción de materia inerte, como consecuencia de lo cual la cantidad de materia inerte en circulación tiende a aumentar, la tubería 25 ha sido provista de una tubería de descarga 21, a través de la cual se puede dar salida al excedente de material inerte.

EXPERIMENTO

A la vasija de reacción se llevan por hora 1.000 kg de  $\text{NH}_3$ , 514 kg de  $\text{CO}_2$ , comprendiendo 14 kg de materia inerte, y una solución de carbonato (composición: 400 kg de  $\text{NH}_3$ , 370 kg de  $\text{CO}_2$  y 100 kg de agua). Esta mezcla de reacción se pone a una presión de 100 atmósferas manométricas y una temperatura de 100°C, como consecuencia de lo cual sale del autoclave una cantidad notable de producto derretido consistente en 700 kg de urea, 600 kg de carbonato amónico, 700 kg de  $\text{NH}_3$  y 440 kg de agua. Este producto derretido se somete a una presión de 17 atmósferas manométricas y se lleva al separador 4 de vapores y líquidos a través del calentador 3 a una temperatura de unos 120°C. El líquido separado es lavado, en la columna de separación o lavado con 100 kg de nitrógeno a una temperatura de unos 110°C. Por la base de la columna de separación se da salida a 1180 kgs de solución de urea, consistente en 700 kg de urea, 300 kg de agua y 16 kg de  $\text{NH}_3 + \text{CO}_2$ . Los gases descargados de la columna de separación se unen a los gases que escapan del separador de líquidos y gases. La mezcla de gases, que consta de 1015 kg de  $\text{NH}_3$ , 370 kg de  $\text{CO}_2$ , 91 kg de  $\text{H}_2\text{O}$  y 134 kg de gas inerte, es lavada a contracorriente con amoníaco líquido que contiene agua, en una columna de lavado 9, en la que la temperatura de la base y de la parte alta se mantienen a unos 90°C y unos 50°C, respectivamente. El  $\text{NH}_3$  que escapa de la columna de lavado 9 se condensa por enfriamiento y refluye en parte al interior de la columna de lavado 9, devolviéndose el resto a la síntesis de la urea. La mezcla de gases que escapa del condensador y que consta de 134 kg de gas inerte y 134 kg de  $\text{NH}_3$ , es lavada con 115 kg de agua en el lavador 15; los 249 kg de  $\text{NH}_4\text{OH}$  en solución, obtenidos en este lavado, se hacen refluir asimismo el interior de la columna de la-

vado 9. Desde la base de la columna de lavado 9 se descarga o da salida a una solución de carbonato consistente en 482 kg de  $\text{NH}_3$ , 370 kg de  $\text{CO}_2$  y 306 kg de agua, solución que es enviada de nuevo por medio de una bomba a la vasija de reacción de urea.

A través de la tubería 10 se descargan 11 kg de material inerte, devolviéndose el resto a la base de la columna de separación.

De esta manera, el  $\text{CO}_2$  y del  $\text{CO}_2$  es convertido en urea a una relación molar  $\text{NH}_3/\text{CO}_2$  de 0,96 y una relación molar  $\text{H}_2\text{O}/\text{CO}_2$  de 0,82, siendo devuelto a la vasija de reacción de urea prácticamente todo el  $\text{NH}_3$  y  $\text{CO}_2$  no convertido en urea.

El proceso tiene la ventaja de que la expulsión del carbonato del producto derreuido de urea con contenido de carbonato entregado por el reactor de urea, y la subsiguiente condensación en una solución concentrada de amoníaco y carbonato amónico, no se efectúan en un número de etapas de presión diferente sino en una sola etapa, en la cual, por el efecto del gas de separación o lavado, la presión parcial de vapor del  $\text{NH}_3$  y  $\text{CO}_2$  sobre la solución de urea a liberar de carbonato va decreciendo gradualmente, mientras el  $\text{NH}_3$  y el  $\text{CO}_2$  liberados se condensan a una presión relativamente elevada en amoníaco con agua. A causa de esta presión relativamente elevada es posible obtener una solución de carbonato concentrada, que puede ser pasada de nuevo por el espacio de reacción de síntesis de urea propiamente dicho, en la vasija de reacción 1, sin una disminución de rendimiento demasiado elevada. Debido a la ausencia de varias etapas de diferente presión en el aparato de recirculación, el número de columnas queda restringido a tres, es decir, a una columna 8 de lavado a separación, una columna 9 de condensación de  $\text{NH}_3$  y  $\text{CO}_2$  en solución de carbonato amónico, y una columna de lavado 13 con líquido para extraer el  $\text{NH}_3$  de los gases inertes. Además, sólo ha-



254145

con falta unas pocas válvulas de presión, es decir, una válvula 2, una válvula 16 en la cámara 7 de salida de urea y una válvula en la cámara de salida de desfogada 14; y solo hacen falta tres bombas sencillas, a saber: una bomba 11a para introducir a presión en la vasija de reacción de urea la solución de carbónato amónico resultante, una bomba 12a para mantener en circulación el gas inerte auxiliar, y una bomba (que no aparece en el dibujo) para llevar agua al lavador de presión, por medio de la cámara 10. Como en las tres columnas 1, 2 y 10 se mantiene siempre una presión uniforme, el control y el funcionamiento son sencillos, y la prevención de las dificultades de funcionamiento mucho más fácil, de modo que se consigue un aparato de funcionamiento de gran seguridad industrial.

La presente solicitud que corresponde a la patente de invención número 60 de agosto de 1928, con el número 500.510, se otorga a los señores Juan de Caceres y José María Esteban sobre propiedad industrial.

NOTA

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para el objeto de esta solicitud de patente de invención industrial por veinte años son los siguientes:

- 1a.- Un aparato para la preparación de urea que comprende: un aparato de síntesis de urea; una columna de separación o lavador por gas para lavar la urea de reacción que sale del aparato de síntesis; una primera columna de lavado con líquido, un condensador y una segunda columna de lavado con líquido; unas tuberas de desfogada de líquido que se extienden desde la pri-



120

una columna de lavado con líquido y el condensador hacia el aparato de síntesis de urea; medio para formar el líquido de gases federos y a nuevas cantidades de  $\text{NH}_3$  y  $\text{CO}_2$  a entrar en el aparato de síntesis; una tubería de descarga de líquido que se extiende desde la segunda columna de lavado con líquido hasta la parte alta de la primera columna de lavado con líquido; una tubería de descarga de gases que se extiende desde la segunda columna de lavado con líquido hasta la parte inferior de la columna de separación o lavado por gas; una tubería de descarga de gases que se extiende desde el condensador a la parte inferior de la segunda columna de lavado con líquido; una tubería de descarga de líquido que se extiende desde el cruce superior hasta la parte alta de la primera columna de lavado con líquido; una tubería de descarga de gases que se extiende desde la primera columna de lavado con líquido hasta el condensador; una tubería de descarga de gases que se extiende desde la columna de separación o lavado por gas hasta la base de la primera columna de lavado con líquido; y una salida o descarga de mezcla de reacción de síntesis que se extiende desde el aparato de síntesis de urea hasta la parte superior de la columna de separación o lavado por gas, por medio de una válvula de expansión.

39.- Un aparato para la preparación de urea.

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



254145

12 DIC

Esta Memoria consta de once hojas escritas a máquina por una sola cara.

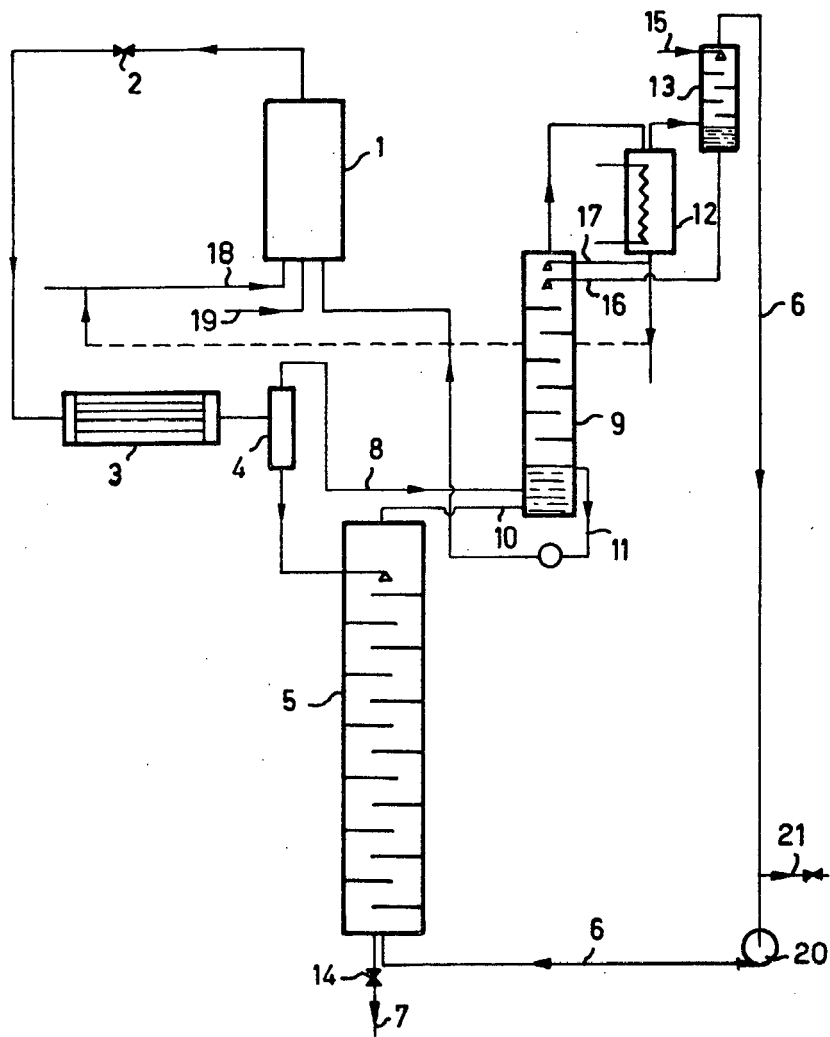
Madrid, 12 DIC. 1959

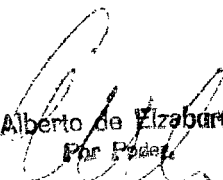
Alberto de Eizaburu  
Por Poderes.

A handwritten signature in dark ink, appearing to be "A. de Eizaburu", written over the typed name.



254145



  
 Alberto de Elizabari  
 Por Poder