

P.- 21.632

1347 S
Rehecha I

27 02 44

27 02 44

20 DIC. 1951



MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

PATENTE DE INVENCION

en

ESPAÑA

por VEINTE años

a nombre de STAMICARBON N.V., entidad holandesa, establecida
en 2 van der Maesenstraat, Heerlen, Holanda, por:
" UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UREA "

La presente invención se refiere a un procedimiento para la producción de urea a partir de amoníaco y dióxido de carbono.

5 En esta preparación, que suele llevarse a cabo introduciendo amoníaco líquido y dióxido de carbono en un autoclave donde se mantiene la mezcla de reacción a una presión de por lo menos 160 atmósferas y a una temperatura de por lo menos 150° C, los componentes de reacción reaccionan en un principio formando carbamato de amonio. A continuación se convierte el carbamato de amonio en urea y agua, cuya conversión, sin
10

27 02 4 4

200



embargo, no se realiza por completo; según la temperatura y presión se obtiene un estado de equilibrio en que el grado de conversión es de 45 a 55 %. Es posible desplazar este equilibrio hacia la formación de urea añadiendo a la síntesis de urea una cantidad de NH_3 que exceda de la cantidad estequiométrica, en otros términos, aplicando una relación molar de $\text{NH}_3\text{-CO}_2$ superior a 2.

Sin embargo, aun llevada a cabo de esta manera, la conversión de carbonato de amonio en urea y agua dista mucho de ser completa, de modo que la mezcla de reacción que sale del autoclave de síntesis contiene todavía carbonato de amonio, además de agua y urea, así como NH_3 libre cuando se aplica a la mezcla de reacción una relación molar de NH_3/CO_2 superior a 2.

Después de expandido esta mezcla de reacción a una presión suficientemente baja, por ejemplo a una presión de una atmósfera, se obtiene una mezcla gaseosa de NH_3 y CO_2 , además de una solución de urea de como 75 %.

Ya que es técnicamente difícil - debido a la formación de carbonato de amonio sólido a temperaturas inferiores a 150°C - volver a prensar la mezcla de gas producida en la expansión, que contiene NH_3 y CO_2 , directamente en el aparato de síntesis, se juzgaba suficiente durante mucho tiempo convertir la mezcla de gas en sulfato de amonio, nitrato de amonio o cloruro de amonio y sosa, sea después de una absorción en agua o no. Sin embargo, este método tiene el inconveniente de que la producción de urea propiamente dicha vaya unida a una producción considerable de otro compuesto nitrogenado.

Para evitar este inconveniente se hicieron varias proposiciones que implican una absorción de la mezcla de gas en una

27 02 44



cantidad de agua, o de otro disolvente adecuado, tan pequeña
que la solución, o suspensión, concentrada pueda bombearse nue-
vamente en el aparato de síntesis sin influir en forma demasia-
do desfavorable sobre el rendimiento de conversión del carbama-
to de amonio en urea y agua (Especificaciones de Patente Ameri-
5 canas 1.898.093 y 2.116.881).

Tal procedimiento implica el problema de que por una par-
te se desea obtener una solución de urea pura y carente de NH_3
y CO_2 , lo que es solo posible haciendo expandir la mezcla de
10 reacción de síntesis de urea a una presión atmosférica, o un
poco super-atmosférica, y que por otra parte es necesario apli-
car una presión mucho mayor, para que el NH_3 y el CO_2 a elimi-
nar de la mezcla de reacción puedan disolverse en una pequeña
cantidad de agua para formar una solución de carbamato de amo-
nio amoniacal.
15

Se ha solucionado este problema permitiendo la expansión
de la mezcla de reacción de síntesis de urea en unas, 2 o 3,
fases de presión, condensándose en cada fase de presión los ga-
ses que se desprenden; el condensado formado en la última fase
20 de presión sirve de medio de condensación para los gases expul-
sados en la penúltima fase de presión, y el condensado formado
en esta fase sirve de medio de condensación para los gases expul-
sados en la fase anterior. De esta manera se desprende en la
última fase de presión una solución de urea prácticamente ca-
25 rente de NH_3 y CO_2 , obteniéndose del condensador de la primera
fase de presión una solución, o suspensión, concentrada de car-
bamato de amonio amoniacal, que se hace refluir al autoclave
de síntesis de urea. La instalación necesaria para cada fase
de presión consiste de un dispositivo en que se calienta la so-
30 lución de agua para formar una fase líquida y una fase gaseosa,

27 02 44



2004

un aparato separador para separar la fase líquida de la fase gaseosa y un condensador para disolver la fase gaseosa en el condensado, a abastecer al condensador, que proviene de la fase de presión siguiente.

5 La figura 1 representa un diagrama de este procedimiento; en el procedimiento según esta figura se expande la mezcla de reacción de síntesis de urea en dos fases de presión; en la primera fase se expande la mezcla de reacción que sale del autoclave 1 bajo presión de síntesis, por medio de la válvula de expansión 2, a, por ejemplo, 18 atmosferas; a continuación se calienta la mezcla en el calentador 3, se separan las fases gaseosa y líquida en el separador 4 y se expande la fase líquida a 10 la segunda fase de presión de, por ejemplo, 3 atmosferas, por medio de la válvula de expansión 9. Bajo esta presión se hace pasar la mezcla de gases y líquidos, obtenida después de la 15 expansión, por un calentador 6 y se la separa después en el aparato 7 para separar los gases de los líquidos. La fase líquida obtenida ahora, es decir una solución de urea prácticamente libre de NH_3 y CO_2 , puede evacuarse por medio de la válvula 12, para que se evapore en vacío, e fin de obtener cristales y "pildoras" (globulos sólidos de urea). 20

Los gases que salen de los aparatos 4 y 7 que sirven para separar los gases de los líquidos, se condensan en los condensadores 5 y 8 respectivamente, bombeándose el condensado formado en el condensador 8 por medio de la bomba 10 en el 25 condensador 5, donde existe una presión mayor, mientras el condensado formado en el condensador 5 se bombea nuevamente en el reactor de síntesis de urea por medio de la bomba 11. Además se hace pasar el NH_3 y el CO_2 en el reactor de síntesis de urea 30 por medio de los conductos 13 y 14 respectivamente.

27 02 44

200



Con este sistema se hace refluir finalmente una solución concentrada de carbamato de amonio amoniacal en el autoclave de urea. Siendo necesario que la cantidad de agua en el autoclave sea la menor posible para obtener una buena conversión, es ventajoso que el contenido en agua en la solución de carbamato de amonio a refluir se mantenga al mínimo.

Se descubrió que ello puede realizarse de manera sencilla omitiendo la calefacción directa de la mezcla de gas a expandir a una temperatura superior y la separación subsiguiente de las fases líquida y gaseosa producidas, haciendo pasar, en vez de ello, estas mezclas de gas, después de expandirlas sin expansión previa, por un preseparador y calentando la fase líquida obtenida, haciendo pasar a continuación la mezcla de gases y líquidos, que se ha formado entonces, por otro separador de líquidos. Se descubrió que, en este caso, el contenido en agua en las fases de gas es inferior al contenido obtenido con el viejo método en que no se emplea preseparador.

Las figuras 2 y 3 son diagramas del nuevo procedimiento; la figura 2 incluye un preseparador 70 en la última fase de presión y la figura 3 incluye un preseparador 40 en la primera fase de presión y un preseparador 70 en la última fase de presión. Los otros números de referencia tienen la misma significación que los de la figura 1.

El siguiente ejemplo numerico sirve para ilustrar el invento. Cuando existe en el separador 4, de acuerdo con la figura 1, una presión de 18 atmósferas y una temperatura de 161° C, la mezcla obtenida, después de expandirse a 3 atmósferas por la válvula 9, tendrá una temperatura de 110° C y su composición será como sigue:

27 02 44

200



16,8 moles de urea,
1,0 mol de CO_2 ,
7,3 moles de NH_3 ,
23,8 moles de H_2O .

5 Esta mezcla se calienta a 132° en el calentador 6 y se introduce en el separador 7. La solución de urea descargada del separador 7 contiene:

10 16,8 moles de urea,
- moles de CO_2 ,
1,0 mol de NH_3 ,
16,9 moles de H_2O .

La fase gaseosa que se desprende de la parte superior del separador 7 tiene la siguiente composición:

15 1,0 mol de CO_2 ,
6,3 moles de NH_3 ,
6,9 moles de H_2O .

Cuando el procedimiento se lleva a cabo de acuerdo con el diagrama de la figura 2 saldrá del preseparator 70 (con una temperatura de 110°C) la siguiente fase líquida:

20 16,8 moles de urea,
0,94 moles de CO_2 ,
3,3 moles de NH_3 ,
22,5 moles de H_2O ,

junto con una fase gaseosa de la siguiente composición:

25 0,06 mol de CO_2 ,
4,0 moles de NH_3 ,
1,3 mol de H_2O .

30 Se calienta la fase líquida a 132°C en el calentador 6 y se introduce la mezcla producida en el separador 7. De este separador se descarga una fase líquida que contiene:

27 02 44



- 16,8 moles de urea,
- moles de CO_2 ,
- 1,0 mol de NH_3 ,
- 19,0 moles de H_2O ,

5 así como una fase gaseosa de la siguiente composición:

- 0,04 mol de CO_2 ,
- 2,3 moles de NH_3 ,
- 3,5 moles de H_2O .

10 Las fases gaseosas son combinadas e introducidas en el condensador 8.

La mezcla de gas total introducida en el condensador 8, de acuerdo con el diagrama de la figura 1, tiene la siguiente composición:

- 1,0 mol de CO_2 ,
- 15 6,3 moles de NH_3 ,
- 6,9 moles de H_2O ,

mientras que la mezcla de gas introducida de acuerdo con el diagrama de la figura 2 contiene:

- 1,0 mol de CO_2 ,
- 20 6,3 moles de NH_3 ,
- 4,8 moles de H_2O ,

siendo la diferencia 2,1 moles de H_2O por mol de CO_2 .

Ya que de esta manera disminuye la cantidad de agua se forman soluciones más concentradas en el condensador 8, y, como consecuencia de ello, se forma una solución más concentrada en el condensador 5, de manera que refluye al reactor de síntesis de urea una solución más concentrada de carbamato de amonio.

De acuerdo con la figura 1, la solución de carbamato de amonio tiene por ejemplo un contenido en agua de 26,5 %, mien-

27 02 44

2001



tras con un preseparador en la segunda fase de presión, de acuerdo con la figura 2, el contenido en agua se reduce a 25,1 %.

5 Cuando se utilice un preseparador también en la primera fase de presión, como se ha indicado en la figura 3, el contenido en agua se reduce a 19,4 %.

Además, se reduce la cantidad de la solución de carbamato de amonio que refluye, debido al aumento del rendimiento de conversión en el reactor de síntesis de urea, como resultado de lo cual se puede utilizar bombas más pequeñas; también se hace una economía de vapor cuando se calienta la mezcla de gas expandido en las dos fases de presión.

15 Cuando se fija en 100 la cantidad de la solución de carbamato de amonio que refluye de acuerdo con la figura 1, dicha cantidad se reduce a 94, de acuerdo con la figura 2, y a 72 de acuerdo con la figura 3. Respecto a la cantidad de vapor necesario, las cifras son de 100, 95 y 74 respectivamente.

20 En las figuras 2 y 3 se han indicado los preseparadores de gases y líquidos, 40 y 70, como sencillas botellas separadoras, dotadas con un tubo de alimentación para la mezcla de gas y líquido, instaladas entre un tubo para la descarga de líquidos al fondo y un tubo de descarga de gas en la parte superior de la botella.

25 Sin embargo, es también posible aplicar un separador de gases y líquidos de un tipo más complicado. Un preseparador de gases y líquidos que da resultados muy buenos es un separador denominado "lavador de gas".

30 En este caso, la disposición será como se indica en la figura 4, en que los números de referencia se refieren a las mismas partes que en las figuras 1, 2 y 3.

270344

20 DICI



La presente solicitud que corresponde a la presentada en Holanda el 5 de Septiembre de 1.960 con el número 255.601, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

5

N O T A

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

19.- Un procedimiento para la preparación de urea a partir de NH_3 y CO_2 a una presión de por lo menos 160 atmosferas y a una temperatura de por lo menos 130°C , en cuyo procedimiento se hace refluir el NH_3 y el CO_2 no convertidos en urea a la instalación de síntesis de urea en forma de una solución de carbamato de amonio amoniacal, procedimiento en que se expande la mezcla de reacción descargada de la instalación de síntesis de urea en varias fases de presión, obteniéndose una solución de urea prácticamente carente de NH_3 y CO_2 , y condensándose a soluciones el NH_3 , el CO_2 y el H_2O que fueron expulsados durante la expansión, de tal manera que el condensado que fué formado en una fase de presión inferior sirve de agente de condensación para los gases que fueron evacuados de una fase de presión anterior, mientras que el condensado obtenido en la primera fase de presión se hace refluir, al reactor de alta presión para la síntesis de urea, caracterizándose en que en una o más fases de presión la mezcla de gases y líquidos, obtenida en la expansión, se somete al principio a una separación de líquidos y gases, que se calienta la fase líquida obtenida y que se vuelve

27 0244

20 DIC



a someter la nueva mezcla de gases y líquidos más calientes a una separación de gases y líquidos, después de lo cual las mezclas de gases, obtenidas durante las separaciones de los líquidos de los gases, se condensan juntas a una solución.

5 2º.- Un procedimiento para la preparación de urea.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y para los fines que se han especificado.

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

Madrid, 20 DIC. 1961

P. A.

Alberto de Eizabun
Por Encargo



370244

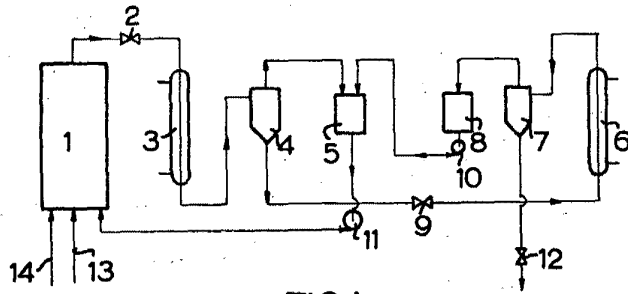


FIG. 1

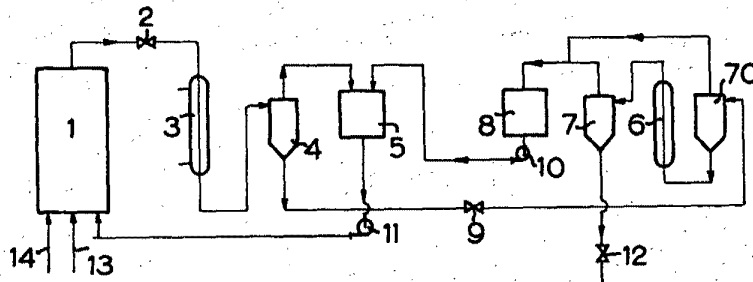


FIG. 2

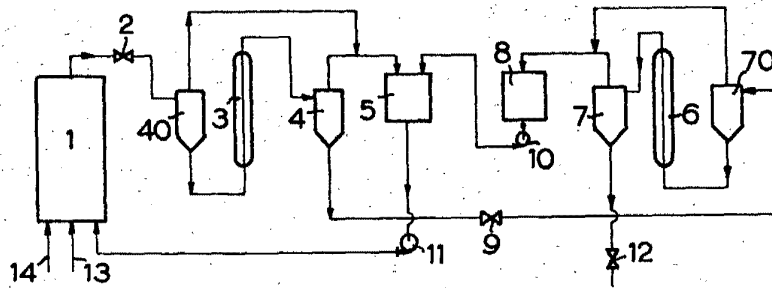


FIG. 3

Carli



270244

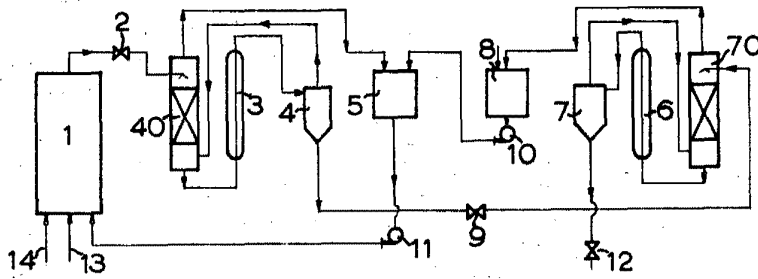


FIG. 4

Arlo