



285555

P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N

por "UN PROCEDIMIENTO MEJORADO PARA RECICLIZAR EL CARBAMATO NO REACCIONADO", a favor de la firma italiana MONTECATINI, Società Generale per l'Industria Mineraria e Chimica, domiciliada en MILANO (Italia), Largo G. Donegani 1-2.

- . -

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este inventé se refiere a mejoras en la síntesis de la urea.

5. Como es bien sabido, la urea se produce comercialmente a base de amoníaco y anhídrido carbónico. En el reactor, únicamente una parte de los reactivos se transforma en urea; la urea se obtiene en una solución que contiene también carbamato, amoníaco libre y agua.

Esta solución de urea se purifica luego por destilación para eliminar el carbamato y el amoníaco;

285555

27 F



los gases de cola obtenidos en esta operación y que contienen amoníaco pueden recuperarse en otro ciclo de producción (tal como la producción de nitrato o sulfato amónicos) o pueden reciclizarse al reactor.

5. Los procedimientos más extensamente empleados implican la reciclización total al reactor de los reactivos no transformados, para obtener su transformación completa en urea. Por lo tanto, emplean secciones para recuperar y reciclar al reactor los reactivos no transformados, que se destilan de la solución de urea en dos etapas, a presión mediana y a presión baja, y se reciclan al reactor en forma de una solución acuosa de carbamato.

10. Los procedimientos que se efectúan con exceso considerable de amoníaco en el reactor (proporción molar $\text{NH}_3/\text{CO}_2 = 3,5-6$) establecen también una reciclización independiente del exceso de amoníaco al reactor.

15. Los vapores de $\text{NH}_3 + \text{CO}_2 + \text{H}_2\text{O}$ obtenidos en las dos etapas de destilación de la solución de urea se absorben de ordinario en columnas de platos o columnas de llenado; las considerables cantidades de calor que se desarrollan durante la absorción, se eliminan de la solución de carbamato en cambiadores de calor, por medio de agua refrigerante.

20. Algunos procedimientos establecen la recuperación parcial del calor desarrollado en la absorción de los vapores de $\text{NH}_3 + \text{CO}_2 + \text{H}_2\text{O}$; pero en su mayor parte se le elimina siempre en refrigeradores de agua, asociados con las columnas de absorción.

25. Esta sección del equipo (recuperación del carbamato)



285555

mato en general) es por consiguiente muy costosa en instalación y operación y su manejo es difícil; además, hay mucha dificultad para recuperar la considerable cantidad de calor que se desarrolla en la absorción de los vapores de $\text{NH}_3 + \text{CO}_2 + \text{H}_2\text{O}$, el cual se pierde generalmente.

5.

Con el invento que aquí se expone, dicha sección se hace más sencilla y más económica; el problema de la recuperación del calor se palia empleando los llamados "absorbedores de film ("falling film absorbers")" que combinan las operaciones de absorción y de cambio del calor que ha de eliminarse. Se ha descubierto en efecto, de manera sorprendente, que la absorción de los vapores de $\text{NH}_3 + \text{CO}_2 + \text{H}_2\text{O}$ en la solución de carbamato se desarrolla con coeficientes elevadísimos de transferencia de materia ("mass transfer coefficients") y con notable desprendimiento de calor, de donde se deriva que es la superficie de contacto entre la película de líquido y la pared eliminadora de calor lo que condiciona el procedimiento.

10.

15.

20.

25.

30.

La superficie de cambio requerida para la eliminación del calor se utiliza también para la operación de absorción, porque se forma encima de ella una película de líquido absorbente. Las complicadas secciones constituidas por las columnas de absorción más los refrigeradores respectivos quedan así sustituidos por meros cambiadores de calor que son absorbedores de film. En particular, ha resultado un hallazgo sorprendente el hecho de que los coeficientes de transferencia antes mencionados son lo suficientemente elevados para emplear absorbedores de film asimismo en la etapa de baja presión, o sea a presión casi atmosférica.

27 FEB



28555

El sistema propuesto permite, por el uso de dichos absorbedores, reducir la instalación y los costes de funcionamiento. En efecto, los absorbedores de film permiten recuperar con facilidad la mayor parte del calor desprendido durante la absorción, con lo que se reduce notablemente el consumo de vapor de la sección.

5.

El absorbedor de film, mediante el cual se aplica la superficie de contacto gas/líquido a la superficie de cambio de calor, permite reducir a un mínimo la velocidad de paso del líquido absorbente, que se reduce a una película de líquido fuera de los tubos de cambio donde sube la solución de urea que ha de destilarse y obtener una curva de temperatura del calor desprendido que es mucho más favorable para su recuperación.

10.

Con el sistema de este invento, el calor desarrollado en la absorción de vapores de $\text{NH}_3 + \text{CO}_2 + \text{H}_2\text{O}$ producidos en la primera etapa de evaporación, puede recuperarse a un nivel térmico muy elevado (140 a 150°C), tal que permita su uso directo en la concentración de la solución de urea hasta 80 a 90%, es decir, a una concentración mucho mayor que con los procedimientos convencionales. Los vapores producidos en la segunda etapa de evaporación, que recupera el calor de la primera etapa de absorción, son también absorbidos en un aparato como el de la primera etapa, lo cual representa, como se ha dicho, una mejora importante respecto al uso de una columna de absorción más refrigerador, es decir, mejor coste de instalación y mayor sencillez de construcción.

15.

20.

25.

30.

El invento se describirá a continuación con más detalle a guisa de ejemplo, haciendo referencia a la grá-



fica de circulación representada en el dibujo que se acompaña.

5. La solución de urea A que sale del reactor se dilata por medio de la válvula de expansión 1 hasta la presión de trabajo de la primera sección de destilación de carbamato (15 a 45 kg/cm²). El calor necesario se suministra por medio de vapor en la columna de destilación 2.

10. En esta primera etapa se destila del 60 al 80% del carbamato contenido en la solución de urea y la mayor parte del amoníaco libre.

15. Los vapores de $\text{NH}_3 + \text{CO}_2 + \text{H}_2\text{O}$ así obtenidos se separan, en el separador 3, de la solución de urea que contiene el carbamato residual, la cual se destila luego a presión aproximadamente atmosférica en la segunda etapa de destilación. El calor necesario se recupera en un absorbedor de film 4, donde se absorben los vapores de $\text{NH}_3 + \text{CO}_2 + \text{H}_2\text{O}$ procedentes del separador 3.

20. Si la solución de urea procedente del reactor contiene gran exceso de amoníaco y la proporción molar NH_3/CO_2 de los vapores procedentes del separador 3 es superior a 6, el exceso de amoníaco no se absorbe en el absorbedor de film 4, sino que se condensa en el condensador 7 por refrigeración con agua refrigerante.

25. El amoníaco líquido Z así obtenido, exento de CO_2 , puede reciclizarse al reactor después de la rectificación efectuada en la columna 6.

En el dibujo, la solución final de urea y la solución de carbamato que han de reciclizarse están indicadas por X e Y, respectivamente.

27 FEB



285555

5. En el absorbedor de film 4, los vapores son absorbidos por la solución de carbamato reciclizada mediante la bomba 5 y distribuidos sobre la superficie externa del cambiador. El calor desprendido es recogido por la solución de urea, de la que se destila la cantidad residual de carbamato.

10. El calor desprendido en el absorbedor de film 4 se recupera por completo. Los vapores de $\text{NH}_3 + \text{CO}_2 + \text{H}_2\text{O}$ separados de la solución de urea en el separador 8 son absorbidos a presión aproximadamente atmosférica en un absorbedor de film 9, del mismo tipo que el absorbedor de film 4.

El calor desprendido en el absorbedor de film 9 es eliminado por medio de agua refrigerante.

15. La solución acuosa de carbamato procedente de los absorbedores de película cadente 4 y 9 puede así reciclizarse al reactor de síntesis. Los absorbedores de film 4 y 9 actúan como substitutos de las complicadas y onerosas columnas de absorción que se usan en los procedimientos convencionales.

20. El esquema que aquí se ha expuesto puede aplicarse también a los procedimientos que implican reciclización parcial del carbamato no reaccionado al reactor de síntesis. En este caso se omite una segunda etapa de absorción para los vapores de $\text{NH}_3 + \text{CO}_2 + \text{H}_2\text{O}$ y los vapores se dirigen a otro uso.

25. En la tabla que sigue se expone, a título de ejemplos no limitativos, algunos datos de los que se evidencia como puede obtenerse una solución de urea exen-

285555²⁷



ta de carbamato empleando vapor de agua solamente en el destilador 2. En los ejemplos 1 y 2, se consume únicamente del 45 al 50% de la cantidad de vapor de agua que normalmente se usa en la sección correspondiente de otros procedimientos.

5.

TABLA - EJEMPLOS

	Ejemplo 1		Ejemplo 2	
	kg/hr	%	kg/hr	%
<u>Solución de urea A procedente del reactor:</u>				
urea	337	33,7	265	26,5
10. carbamato	236	23,6	280	28,0
NH ₃	281	28,1	235	23,5
H ₂ O	<u>146</u>	<u>14,6</u>	<u>220</u>	<u>22,0</u>
	1000	100	1000	100
Presión	220 kg/cm ² (efectivos)		220 kg/cm ² (efectivos)	
15. Temperatura	190°C		190°C	
Vapor de agua suministrado al destilador 2 (1ª etapa)	150 kg/hr		110 kg/hr	
<u>Destilador 2 (1ª etapa)</u>				
20. presión	30 kg/cm ² (efectivos)		25 kg/cm ² (efectivos)	
temperatura	150°C		145°C	
<u>Separador 3</u>				
presión	30 kg/cm ² (efectivos)		25 kg/cm ² (efectivos)	
25. temperatura	150°C		145°C	



Destilador 4 (2ª etapa)

presión	0,3 kg/cm ² (efectivos)	0,3 kg/cm ² (efectivos)
temperatura	120°C	120°C

5.

Absorbedor 4

suministro de agua del proceso	-	47 kg/hr
--------------------------------	---	----------

Separador 8

10.

presión	0,3 kg/cm ² (efectivos)	0,3 kg/cm ² (efectivos)
temperatura	120°C	120°C

gas de cola obtenido del separador 8

15.

	kg/hr	%	kg/hr	%
NH ₃	-	-	137	57,4
CO ₂	-	-	82	34,2
H ₂ O	-	-	<u>20</u>	<u>8,4</u>
			239	100,0

Solución de urea X obtenida

20.

	kg/hr	%	kg/hr	%
urea	265	77	337	73,4
H ₂ O	<u>80</u>	<u>23</u>	<u>123</u>	<u>26,6</u>
	345	100	460	100,0

Amoniaco Z recuperado

25.

Solución de carbamato Y

	kg/hr	%	kg/hr	%
carbamato	280	52,8	90	43,8
NH ₃	110	20,8	65	31,8
H ₂ O	<u>140</u>	<u>26,4</u>	<u>50</u>	<u>24,4</u>
	530	100,0	205	100,0

30.

27 FEB



NOTA

285555

Descrito el objeto de la invención, se declara nuevas las siguientes reivindicaciones, con prioridad italiana nº 4021/62 del 28 de febrero de 1962:

5. 1. Un procedimiento mejorado para reciclar el carbamato no reaccionado, en la síntesis de la urea a base de amoníaco y anhídrido carbónico, con dos etapas de destilación, caracterizado por usarse para la absorción de los vapores producidos absorbedores de film en concepto de cambiadores de calor.
10. 2. Un procedimiento mejorado conforme a lo definido en la reivindicación 1, caracterizado por combinarse la segunda etapa de destilación en una sola operación con la absorción de carbamato y vapores amoniacales, y separados en la primera etapa de destilación, en una solución acuosa de carbamato, utilizando para dicha segunda destilación el calor desarrollado en la absorción.
15. 3. Un procedimiento mejorado para reciclar el carbamato no reaccionado.
20. Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de 9 hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 27 de febrero de 1963

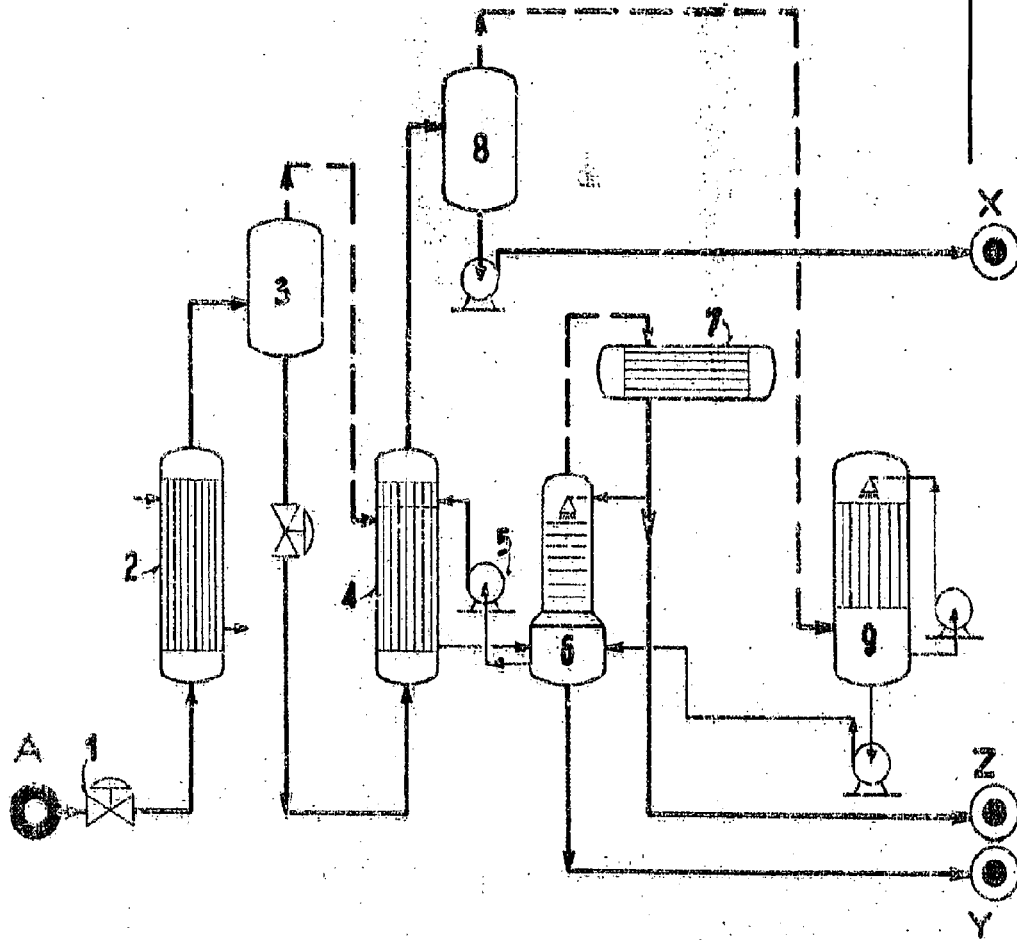
p.a.

JAI ME I SERN MIRALLES



285555

M43



Madrid, 27 FEB 1963
Jaime Isern