



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

287139

por "UN PROCEDIMIENTO DE PURIFICACIÓN DE UREA CON RECUPERACIÓN DE AMONIACO Y DIÓXIDO DE CARBONO", a favor de la firma estadounidense THE LUMMUS COMPANY, domiciliada en "385 Madison Avenue", New York 17, New York, Estados Unidos de América.

MEMORIA DESCRIPTIVA

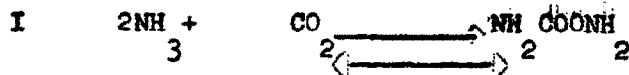
La presente invención se refiere al retraso de la formación de biureta en producción de urea y, más en especial, al retraso de la formación de biureta en la purificación del efluente reactor de urea, en especial durante la recuperación del mismo de amoníaco y bióxido de carbono residuales.

Es bien conocido que cuando el amoníaco y el bióxido de carbono se hacen reaccionar bajo presión, a altas temperaturas, se forma urea. Las reacciones de la síntesis de la urea, por ejemplo, han sido realizadas a temperaturas que fluctúan entre 160°C. y 220°C. y presiones entre 200 y 500 atmósferas.

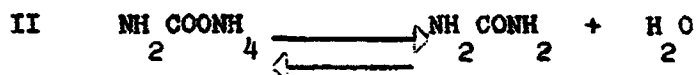
Durante la reacción de la síntesis de urea el amoníaco y el bióxido de carbono se combinan primeramente para formar carbonato de amonio, de acuerdo con



la siguiente ecuación:



A la temperatura de la reacción, el carbamato de amonio se descompone rápidamente para formar urea y agua.



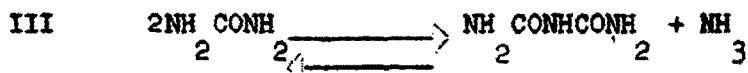
El efluente de la reacción de la síntesis de urea contendrá normalmente urea, agua, carbamato de amonio y gases, tanto disueltos como no disueltos. Por ello, este efluente debe ser purificado para proporcionar una urea de grado comercial. Al purificar el efluente, el carbamato de amonio que permanece en él, debe ser descompuesto antes de la separación de los gases disueltos y los no disueltos. Normalmente, esta composición se efectúa calentando el efluente bajo presión, después de lo cual el efluente se pasa adentro de un absorbedor, para extraer los gases que el mismo contiene. Puede usarse, si se necesitara, una segunda etapa de descomposición. Aún cuando se usen dichas dos etapas, sin embargo, alrededor de 1% de amoníaco y 1% de bióxido de carbono permanecerá en el efluente después de la segunda etapa, para perderse al concentrar la solución de urea en un sistema evaporador.

También, es indeseable un calentamiento prolongado del efluente para purificarlo, ya que la urea se

287139



descompone al calentarse para formar biureta y amoníaco.



5 Como la purificación usual del efluente implica la aplicación de calor, es necesario controlar estrictamente la velocidad a la que pasa el efluente a través de las etapas de descomposición para evitar la formación de biureta. Sin embargo, siempre se formará alguna biureta. La urea técnica, sintética, por ejemplo, contiene entre 1 y 2% de biureta.

10 La presencia de biureta en la urea resulta muy indeseable en muchas aplicaciones industriales de la urea y su producción debe evitarse en lo posible. En los acabados textiles, por ejemplo, la biureta enturbia las soluciones de tratamiento, y, después destruye la brillantez del acabado.

15 También, la biureta tiene una acción herbicida pronunciada, que es de lo más desventajosa en la agricultura. El contenido de biureta en los fertilizantes de urea, tiene una relación directa con la destrucción de los productos agrícolas. Por esta razón, la biureta ha sido eliminada como un ingrediente seguro en los fertilizantes que son para ser aplicados a los productos agrícolas para usarlos como alimento.

25 Por ello, es un objeto de la presente inven-

287139



ción proporcionar un procedimiento en el que se prepara una solución de urea, fría y pura, que tiene un bajo contenido de biureta, con efluente procedente de un reactor de síntesis de urea. Enfriándola, no se formará tan fácilmente la biureta al almacenarla o durante cualquier centrifugación, filtración, bombeo u oscilación subsiguientes, a las cuales la solución puede ser sometida para extraer vestigios de aceite acumulados en los aparatos y conductos de síntesis y vaporización.

Además, es un objeto de la presente invención, proporcionar un procedimiento para el retraso de la formación de biureta en un efluente de síntesis de urea y para recuperar del mismo sustancialmente todo el amoníaco y bióxido de carbono residuales. El rendimiento del proceso se mejora, evitando la pérdida del amoníaco y el bióxido de carbono residuales contenidos en la solución efluente de urea, y se hace posible la fácil manipulación del producto en un área de operación, libre de contaminación por el vapor de amoníaco.

Esto contrasta grandemente con los procesos de recuperación de urea anteriormente conocidos, tales como el método de cristalización al vacío, por medio del cual el amoníaco y el bióxido de carbono residuales no pueden recuperarse económicamente de la solución de urea, disolviéndolos en las grandes cantidades de agua

287139



evaporada.

Otros objetos y un mejor entendimiento de la invención pueden lograrse haciendo referencia a la descripción siguiente, tomada en relación con el dibujo que se acompaña, en el que la figura 1, es un diagrama esquemático del proceso de fabricación que ilustra una realización preferida de esta invención para producir urea de bajo contenido de biureta, y

La figura 2, es una ilustración más detallada de una torre de vaporización, como se muestra en la figura 1.

El proceso de acuerdo con la presente invención, dá como resultado una solución de un producto de urea que no contiene más de 0.6 a 0.8% de biureta y únicamente vestigios de amoníaco y de bióxido de carbono. La solución del producto de urea se obtiene utilizando en el proceso de síntesis de urea una torre de vaporización en la que la temperatura de la solución de urea se baja muy rápidamente bajo un vacío moderado, hasta entre aproximadamente 70° y 80°C. A esta temperatura, la reacción que forma biureta es prácticamente detenida y la solución de urea puede ser extraída con seguridad, de sustancialmente todo su contenido de amoníaco y bióxido de carbono, sin aumentar de modo apreciable el contenido de biureta. El amoníaco y el bióxi-

287139



do de carbono, recuperados por dicha extracción, pueden volver a usarse, llevándolos adentro de un sistema de recuperación reactivo.

5 Con referencia ahora a la figura 1, esta figura ilustra un reactor convencional de síntesis de urea que funcionará en condiciones de alta temperatura y presión, para producir una solución de urea de una alimentación de amoníaco y bióxido de carbono que entra por los conductos 12 y 14, respectivamente. La solución de urea formada en el reactor 10 contiene urea, carbamato de amonio, agua y bióxido de carbono y amoníaco residuales. El carbamato de amonio debe ser descompuesto después, para formar urea adicional, y el amoníaco y el bióxido de carbono residuales deben extraerse para proporcionar una solución de urea pura que puede ser, además, tratada para proporcionar productos de urea, comerciales.

10 Para descomponer el carbamato de amonio contenido en la solución de urea y para extraer el amoníaco y bióxido de carbono residuales, la solución de urea pasa luego por un proceso de recuperación en tres etapas. Las tres etapas del proceso de purificación incluyen un descomponedor primario 20, un descomponedor secundario 30 y una torre de vaporización 40.

25 En la primera etapa del proceso de purifica-

287138



ción, la solución de urea proveniente del reactor 10
pasa por el conducto 18 al descomponedor primario 20;
donde se calienta bajo presión moderada para descomponer el carbamato de amonio de acuerdo con la Ecuación
5 (II) anterior. La velocidad con que pasa la solución a través del descomponedor primario, se controla en forma convencional para evitar la formación de biureta. La solución de urea, parcialmente desgasificada, producida en el descomponedor primario 20, pasa a través del conducto 22 al descomponedor secundario 30.
10

También se produce una fracción gaseosa en el descomponedor primario 20. Esta fracción gaseosa consiste primordialmente de amoníaco que se prepara para volverlo a usar en el reactor 10 por medio de un absorbedor primario 25. El conducto 24 transporta esta fracción gaseosa al absorbedor primario 25. Pasando desde el absorbedor primario a través del conducto 26, el amoníaco recuperado producido en el absorbedor 25, se vuelve a reciclar de nuevo al reactor 10 y se combina con
15 una alimentación de amoníaco nuevo en el conducto 11 para formar, en el conducto 12, el chorro de alimentación de amoníaco para el reactor 10, la fracción líquida producida en el absorbedor primario también es reciclada al reactor 10, por el conducto 28, para formar una parte
20 de la alimentación para el mismo.
25

287138



La solución de urea que pasa desde el descomponedor primario 20, por el conducto 22, al descomponedor secundario 30 es además desgasificada en el descomponedor secundario y se pasa desde el mismo, a través del conducto 32, a la torre de vaporización 40 donde se le despoja esencialmente de todos los gases residuales restantes. La solución, en el descomponedor secundario, será calentada hasta temperaturas moderadas, aproximadamente bajo la presión atmosférica durante un corto tiempo, para descomponer esencialmente todos los gases residuales restantes que pasan desde el descomponedor secundario, a través del conducto 34, a un absorbedor secundario 35, de acuerdo con técnicas bien conocidas. Sin embargo, quedarán algunos gases residuales en la solución de urea, así tratada, ya que la solución no puede retenerse mucho tiempo en esta segunda etapa sin que se forme biureta.

Después de la descomposición del efluente en los descomponedores 20 y 30 para extraer la mayor parte de su contenido de gas residual, el amoníaco y el bióxido de carbono residuales, restantes, se extraen en la torre de vaporización 40. La torre de vaporización 40 se hace funcionar bajo vacío moderado a temperaturas entre aproximadamente 70° y 80°C. de modo que no hay un aumento apreciable en el contenido de biureta de la so-

227139



lución. La solución, del descomponedor secundario 30,
entra en la torre de vaporización 40 por el conducto
32. Un medio eliminador o de extracción que es provis-
to volviendo a ebullición los residuos en la torre de va-
5 porización 40, elimina el contenido de amoníaco y bi-
óxido de carbono residuales de la solución, en la zona
eliminadora de la torre 40. El destilado de la parte
alta de la torre 40 sale por el conducto 42 y comprende
una fracción gaseosa que incluye el medio eliminador,
10 amoníaco, bióxido de carbono y vapor de agua.

Esta fracción gaseosa contiene sustancialmen-
te todo el contenido de amoníaco y bióxido de carbono
residuales en la solución de urea, según entra en la
torre 40. La solución producida de urea, limpia y en-
15 friada, que sale como residuo de la torre 40, contiene,
así, tan sólo vestigios de amoníaco y bióxido de carbo-
no. Con referencia a la figura 1, la fracción gaseosa,
en el conducto 42, pasa al absorbedor secundario 35 pa-
ra recuperación y recirculación al chorro de alimenta-
20 ción del reactor. Un chorro muy pequeño de gas, de des-
ahogo, se extrae del absorbedor secundario a través del
conducto 36.

La figura 2 ilustra, en detalle, una torre de
vaporización para ser usada en el proceso de la figura
25 1, que incluye el aparato asociado necesario para su

287138



funcionamiento en la forma indicada arriba. La torre de vaporización 40 funciona bajo un vacío moderado que se mantiene por vía del conducto 47 por un sistema de vacío (no mostrado). Una solución de urea entra en la torre de vaporización a través del conducto 32. La torre de vaporización se mantiene a una temperatura de entre 70° y 80°C., de modo que según la solución acuosa rica en urea, en la torre, pasa a través de la sección de eliminación 41, se enfría rápidamente, de modo que el contenido de amoníaco y bióxido de carbono residuales pueda eliminarse de la misma sin cualquier aumento apreciable de biureta. El amoníaco y el bióxido de carbono se eliminan por medio eliminador obtenido rehirviendo el residuo de la torre. La fracción gaseosa producida en la torre de vaporización pasa a través del conducto 42 a un condensador 45. El condensador proporciona una solución de carbonato de amonio, diluída y licuada, que pasa a través del conducto 42 al absorbedor secundario 34 (ver figura 1). La solución de urea, ya limpia, pasa desde la torre 40 a través del conducto 50 a una sección de recuperación de urea (no mostrada). Se dispone un rebullidor 43 calentado con vapor, para proporcionar el calor que precisa la torre de vaporización 40. El rebullidor vaporiza una parte de la solución acuosa rica en urea, para

287139



usarla como el medio eliminador en la sección eliminadora 41 de la torre.

El sistema de vacío (que no se muestra), está unido al condensador 45 por el conducto 47. Este sistema de vacío mantiene el vacío moderado que se requiere en la torre de vaporización 40.

Se da a continuación un ejemplo específico de la forma preferida de funcionamiento. Este ejemplo es dado tan sólo con fines de ilustración, y no debe considerarse como limitativo, en cualquier forma, de la invención.

EJEMPLO

Amoníaco, bióxido de carbono y un chorro de reciclo se alimentaron al reactor 10 de síntesis de urea.

Las fracciones líquida y gaseosa, producidas en el descomponedor secundario 30, tenían las siguientes composiciones:

	<u>LIQUIDA</u>	<u>GASEOSA</u>
NH ₃	0.8 %	47.0 %
CO ₂	1.0 %	23.0 %
H ₂ O	33.4 %	30.0 %
Urea	64.8 %	

El descomponedor secundario se hace funcionar a una temperatura de 124°C. y a una presión de 9.9 libras por pulgada cuadrada.

287139



La fracción líquida rica en urea, al pasar a través del conducto 32, fué desgasificada adicionalmente en la torre de vaporización 40 para extraer el amoníaco y bióxido de carbono restantes. La torre de vaporización 40 se hizo funcionar a una temperatura de 80°C. y una presión menor que la atmosférica de 4.3 libras por pulgada cuadrada. Se produjo una solución de urea de la composición siguiente (peso %).

SOLUCION RICA EN UREA

10	Inertes	
	NH ₃	Vestigios
	CO ₂	Vestigios
	H ₂ O	28.4 %
	Urea	71.6 %

15 Una fracción gaseosa producida en la torre de vaporización 40, con la composición:

	NH ₃	8.1
	CO ₂	10.1
	H ₂ O	81.8

20 se pasó a través del conducto 42 al absorbedor secundario 35.

25 El absorbedor secundario 35 que fué alimentado del descomponedor secundario 30, torre de vaporización 40, se le hizo funcionar a una temperatura de alrededor de 35°C., y una presión de 8.5 libras por pul-

287139



gada cuadrada. La fracción líquida producida que tenía la composición:

NH ₃	19.1 %
CO ₂	11.2 %
H ₂ O	45.5 %
Urea	24.2 %

5
fue reciclada por el conducto 36 al descomponedor primario 20.

N O T A

10 Hecha la descripción del presente invento se declaran como nuevas y de propia invención las reivindicaciones siguientes:

1. Un procedimiento de purificación de urea con recuperación de amoníaco y dióxido de carbono, siendo la urea producida en una reacción de síntesis de urea extrayendo amoníaco y bióxido de carbono de una fracción líquida de urea conteniendo dicha fracción esencialmente amoníaco, bióxido de carbono, agua y urea, c a r a c t e -
15 r i z a d o porque se hace pasar la referida fracción líquida, rica en urea, por dentro de una zona de tratamiento que se mantiene a un vacío moderado; reduciendo rápidamente la temperatura de la precitada fracción en la
20

287139



expresada zona hasta una temperatura en la que es esencialmente detenida la formación de biureta, después de lo cual se eliminan sustancialmente de dicha fracción líquida, a esta temperatura, todas las impurezas residuales contenidas en ella, y se recuperan el amoníaco y el bióxido de carbono residuales.

5
2. Un procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado por vaporizar una parte de la fracción líquida que pasa a través de dicha zona, pasando la parte vaporizada de ella a contacto con la fracción líquida en la referida zona y condensando el amoníaco y el bióxido de carbono eliminados para el retorno a un sistema de recuperación del procedimiento.

10
3. Un procedimiento, según las reivindicaciones 1 o 2, caracterizado porque, antes de pasar la fracción líquida de urea al interior de dicha zona de tratamiento, se calienta la expresada fracción líquida, de la reacción de síntesis de urea, en dos etapas para descomponer dicho carbonato de amoníaco y formar una fracción líquida rica en urea, acuosa, que contiene únicamente pequeñas cantidades residuales de las materias no reaccionadas, y se separan los gases de la referida solución en cada una de tales etapas, desarrollándose la primera de éstas bajo presión moderada y la segunda, esencialmente, a la presión atmosférica, calentándose dicho



líquido tan solo por cortos períodos de tiempo, para evitar la formación de biureta.

4. Un procedimiento, según las reivindicaciones 1, 2 o 3, caracterizado porque antes de pasar la fracción líquida de urea adentro de la zona de tratamiento, se calienta dicha mezcla de reacción a una presión moderada para separar de ella una primera fracción gaseosa rica en amoníaco y bióxido de carbono y dejando una fracción líquida rica en urea, acuosa, calentando además dicha fracción líquida a una temperatura moderada, sustancialmente a la presión atmosférica, durante un espacio de tiempo relativamente corto, para extraer una segunda fracción gaseosa rica en amoníaco y bióxido de carbono y para evitar la formación de biureta, dejando al mismo tiempo una segunda fracción líquida, rica en urea, acuosa, que contiene tan solo pequeñas cantidades de amoníaco y bióxido de carbono residuales.

5. Un procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la temperatura a la que se reduce rápidamente la fracción líquida en la zona de tratamiento esté aproximadamente comprendida entre los 70 y los 80°C.

6. Un procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por re-hervir una parte de dicha fracción líquida en la

287139



referida zona , y eliminar a continuación de la fracción líquida esencialmente todas las impurezas residuales, pasando dicha parte reservada a contacto con la expresada fracción.

5 7. Un procedimiento, según la reivindicación 6, caracterizado por recuperar dicha fracción como una fracción eliminada que se maneja con más facilidad en el proceso adicional que incluye la recuperación reactiva.

10 8. - Un procedimiento, según la reivindicación 7, caracterizado porque la fracción eliminada se enfría hasta una temperatura en la que se inhibe la reacción formadora de biureta durante su transporte a un sistema de recuperación reactiva.

15 9. Un procedimiento de purificación de urea con recuperación de amoníaco y dióxido de carbono.

Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de dieciséis hojas foliadas y mecanografiadas por una sola cara y de dos láminas de dibujos.

Madrid, a 17 de abril de 1963.

THE LUMMUS COMPANY

P. a.

JAMES IBERN MIRALLES
E.E.

287139



287139

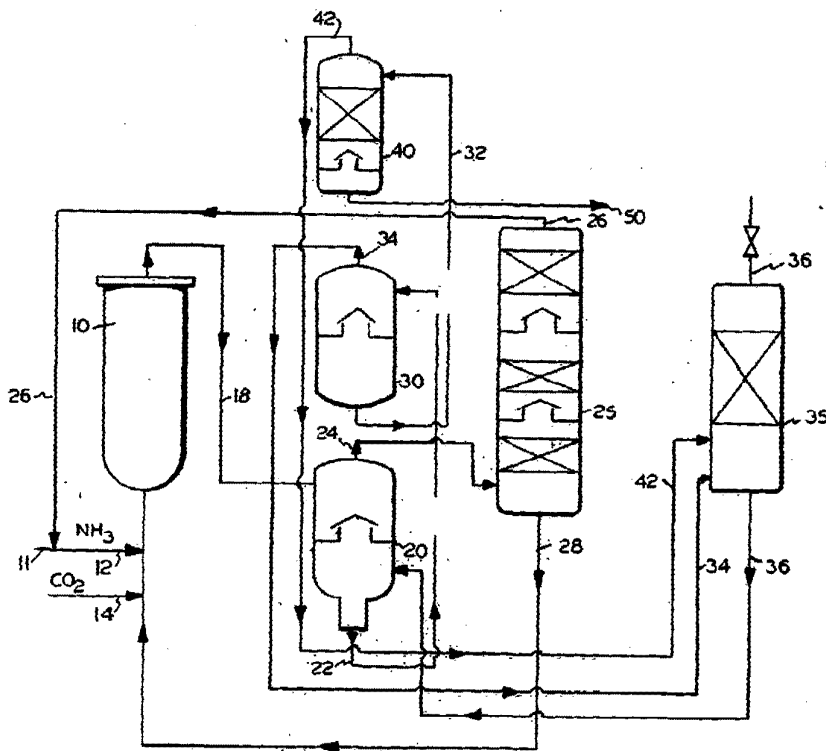


FIG. I

Madrid, a 17 de abril de 1963

JANIE ISEPN MIRALLER
P.E.

Escala variable



287139

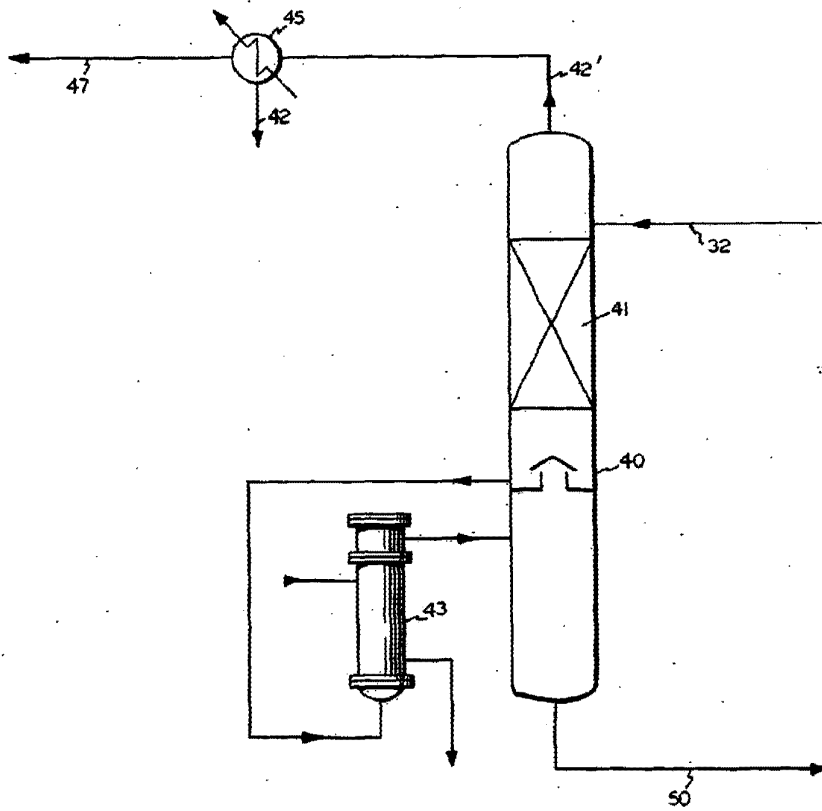


FIG.2

Madrid, a 17 de Abril de 1963

JANRE ISEFN MIRALLES

Escala variable