

CASE A. 103



JUL 1963

290269

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

por "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE UREA", a favor de la firma italiana MONTECATINI, SOCIETA GENERALE PER L'INDUSTRIA MINERARIA E CHIMICA, residente en MILAN (Italia), Largo Guido Donegani 1-2.

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Se sabe que la producción de urea se efectua industrialmente por síntesis a partir de amoníaco y anhídrido carbónico en un reactor a unas 200 atmósferas de presión y mantenido a temperatura superior a 150°C;

5. sin embargo, la reacción no es cuantitativa y un porcentaje considerable de los dos reactivos queda en forma de carbamato amónico.



29 0269

Se han propuesto muchos procedimientos para reciclar en el reactor el carbamato que no ha reaccionado.

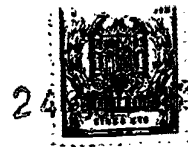
5. El método más sencillo es condensar el carbamato en presencia de agua de tal modo que se obtenga una solución concentrada que pueda enviarse fácilmente por bombeo al reactor. Sin embargo, como se sabe, el agua ejerce una influencia desfavorable sobre el rendimiento de conversión de carbamato en urea. Además, el método requiere, 10. gran consumo de calor.

Para evitar este inconveniente, se había propuesto ya efectuar la recuperación de carbamato en forma de una lechada compuesta de partículas sólidas en suspensión en el amoníaco líquido e introducir esta lechada 15. en el reactor por medio de una bomba apropiada.

No obstante, al poner este método en práctica, se hallan grandes dificultades debidas a la sedimentación de la sal, que puede causar atascamiento en la instalación donde se forma la suspensión (por condensación del amoníaco y cristalización del carbamato). 20.

Además, este método requiere el uso de un gran exceso de amoníaco, lo que hace engorrosa la reciclación.

Por último, para efectuar la destilación del 25. carbamato bajo presión, precisa actuar a temperatura superior a 150° C, esto tiene por efecto incrementar el porcentaje de agua que acompaña al carbamato separado, y al mismo tiempo, disociar la urea, con formación de biuret



29 0269

5. (un producto tolerado en un grado máximo de 0,5%). Para evitar que se exceda de la temperatura de 150° C, según procedimientos conocidos la destilación se efectúa a presión inferior a 12 atmósferas y en consecuencia la condensación de amoníaco y la cristalización de carbamato deben efectuarse a una presión y a un nivel térmico tan bajos que no es posible emplear agua como medio refrigerante.
10. Con otros procedimientos, la separación del carbamato de la urea se efectúa también a presión superior a 12 atmósferas, pero el carbamato reciclizado al reactor en suspensión en amoníaco líquido se separa en una sola etapa; con tal técnica no pueden evitarse la descomposición de la urea y la formación del biuret, a menos que se limite la separación del carbamato, dejando en la solución de urea un contenido de amoníaco (libre o combinado con anhídrido carbónico en forma de carbamato amónico, de 3% por lo menos. En tal caso no existe reciclización completa al reactor de los reactivos no convertidos en urea.
15. El invento que aquí se expone supera las dificultades mencionadas estableciendo un procedimiento eficaz y económico para recuperar el amoníaco y el anhídrido carbónico que no han reaccionado y para reciclarlos a la autoclave de síntesis de la urea.
20. Hemos descubierto que la descomposición de la urea y la formación de biuret carecen de importancia, incluso a temperaturas superiores a 150° C, si la operación de calentamiento es muy rápida y se lleva a cabo
- 25.

20 0269

24 J



5. en presencia de una cantidad de amoniaco (libre o combinado en forma de carbamato amónico) no inferior al 2 a 3%; esto permite efectuar la destilación del carbamato y su cristalización subsiguiente a presión superior a 12 atmosferas, y, por consiguiente, hace posible utilizar agua como medio refrigerador en la instalación en que se condensa el amoniaco y se cristaliza el carbamato. El amoniaco y el anhídrido carbónico todavía presentes en la solución de urea, después de dicha destilación efectuada a presión superior a 12 atmósferas, pueden separarse dilatando la solución a presión atmosférica o a presión cercana a la atmosférica, condensando dichos vapores a la mencionada presión, llevando la solución acuosa de carbamato así obtenida a una presión superior a 12 atmósferas, destilando dicha solución para separar una parte del agua presente en ella y reciclando los vapores de amoniaco, de anhídrido carbónico y de agua así obtenidos, en la zona en que se condensa el amoniaco y se cristaliza el carbamato que fueron separados de la solución de urea a presión superior a 12 atmósferas.

20. El procedimiento de este invento es un procedimiento para la producción de urea a partir de amoniaco y anhídrido carbónico con reciclización completa de los reactivos no convertidos al reactor de síntesis de urea, en el que dichos reactivos no convertidos se separan en tres etapas de presión distintas y se juntan en forma de una suspensión de carbamato amónico cristalizado en amoniaco líquido, procedimiento que se caracteriza por el hecho de que dicha suspensión se forma a presión de unas
- 25.

290269

24



- 13 a 25 atmósferas, en un recipiente enfriado con agua y equipado de elementos especiales para mantener las partículas de carbamato en suspensión en el amoníaco. Con este procedimiento la reciclización de los reactivos no convertidos, en forma de una suspensión de carbamato amónico sólido en amoníaco líquido, es total (o, mejor dicho, puede ser total si se quiere) y la separación de la urea de los reactivos no convertidos se efectúa en tres etapas, respectivamente a presión mayor de 60 atmósferas, a presión de 13 a 25 atmósferas y a presión atmosférica o cercana a la atmosférica. En la primera etapa o paso, se separa amoníaco casi puro, que se recondensa al propio tiempo que se utiliza su calor de condensación para calentar el anhídrido carbónico alimentado al reactor. En la segunda etapa o paso se separa una mezcla de amoníaco y anhídrido carbónico con pequeñas cantidades de agua y de gas, tal como nitrógeno e hidrógeno, introducidas en el reactor como impurezas con los reactivos. Esta mezcla gaseosa se envía a burbujear en una corriente de amoníaco líquido; el anhídrido carbónico reacciona con el amoníaco, y el carbamato amónico formado queda suspendido en el amoníaco líquido en forma de partículas diminutas de materia sólida. En la tercera etapa o paso se separa una mezcla de amoníaco, anhídrido carbónico y agua, que por medio de refrigeración se transforma en una solución acuosa de amoníaco y anhídrido carbónico. Esta solución se destila, para separar parte del agua, a presión casi igual a la que se emplea para efectuar la segunda etapa de destilación de la solución de urea. Se obtiene una
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.



24 JU

290266

mezcla de amoníaco y anhídrido carbónico con pequeñas cantidades de agua, que se hace burbujear en el amoníaco líquido junto con la mezcla gaseosa separada en la segunda etapa.

5. Los reactivos no convertidos, transformados, por medio de la técnica antes descrita, en una suspensión de carbamato amónico sólido en amoníaco líquido, se reciclan al reactor; la solución acuosa de urea se concentra en vacío, y la urea obtenida se envía a una cámara de granulación.
10. Estas y otras características del invento se comprenderán más plenamente a base de la descripción que sigue del procedimiento, hecha con referencia al dibujo que se acompaña.
15. El amoníaco y el anhídrido carbónico procedentes de los calentadores previos 2 y 1, respectivamente, en proporciones molares mayores de 2:1, se introducen en el reactor 3 a presión de 200 a 230 atmósferas, la reacción eleva la temperatura de los reactivos hasta unos 190° C;
20. la solución de urea, agua, carbamato y amoníaco en exceso se descarga por medio de la válvula 4 al separador 5, a presión superior a 60 atmósferas, por ejemplo a presión de 70 atmósferas. A causa de la presión disminuida, alrededor de la mitad del amoníaco presente se evapora y es recondensado en el cambiador de temperatura 1, donde cede su calor latente al anhídrido carbónico. De esta manera es posible recuperar una cantidad considerable de calor a un nivel de temperatura suficientemente elevado para calentar previamente el anhídrido carbónico hasta 100° C.
- 25.

29 0269

24



5. Por medio de la válvula 6 la presión de la mezcla de urea, agua, carbamato y residuo amoniaco se reduce luego a una presión de 13 a 15 atmósferas, por ejemplo de 16 atmósferas, causando una evaporación ulterior de amoniaco y una consiguiente disminución de temperatura hasta unos 120° C. A esta temperatura, la mezcla se introduce por la cúspide de la columna de destilación 8, desciende sobre las placas inferiores y es sometida a un calentamiento rápido hasta 170° C al pasar por el cambiador de calor 9.
10. Con este dispositivo es posible efectuar la destilación del carbamato reduciendo la disociación de la urea y la formación del biuret a valores insignificantes.

15. Al anhídrido carbónico y el amoniaco que se liberan en el separador 10 a 170° C contienen más del 50% de vapor; al subir por las placas superiores de la columna rectificadoras 8, se enfrían hasta 120° C. A esta temperatura el porcentaje de agua en los vapores de carbamato de la salida de la columna 8 se reduce al 3%, y por consiguiente, dichos vapores pueden ser transformados en materia sólida, es decir, en cristales, al contacto con amoniaco líquido, sin ningún peligro de incrustaciones, de modo que se forma una lechada fluida fácil de recircular.
- 20.

25. La cristalización del carbamato se efectúa en el aparato 11, en el que se introducen el amoniaco destinado a la síntesis de la urea, procedente de 30, el amoniaco empleado en exceso, recondensado en el cambiador 1 y procedente de la válvula 7 y los vapores de amoniaco, de anhídrido carbónico y (no necesariamente) de agua (vapor) procedentes de 8 y 16.



290269

5. El calor de formación del carbamato sólido y el calor de condensación del amoníaco se eliminan enfriando la suspensión con agua; la presión en el interior del aparato 11 en que se forma la suspensión depende de la temperatura del agua disponible; esta presión varía según el invento desde 13 hasta 25 atmósferas, y de preferencia en la escala de 13 a 18 atmósferas.

10. Por ejemplo, si se dispone de agua a 20° C, será fácil obtener una temperatura de condensación de 40° C, a la que corresponde una presión de 16 atmósferas. Las partículas sólidas de carbamato tienen, desde luego, un peso específico mucho mayor que el del amoníaco líquido y, por consiguiente, tienden a depositarse en el fondo del aparato donde se forma la suspensión, con lo que atascan la tubería de descarga.

15. Para evitar este inconveniente, se recurre, conforme al invento, a la acción de una bomba impulsora 13, incorporada dentro del aparato 11 en que se forma la suspensión y la cual mantiene el carbamato en suspensión al mismo tiempo que permite establecer un cambio eficaz de calor entre la suspensión amoniacal y los elementos refrigeradores destinados a extraer el calor de formación del carbamato amónico sólido y de condensación del amoníaco.

20. Con el empleo de este dispositivo es posible obtener una lechada que contenga más del 50% de carbamato, fácil de reciclar al reactor.

25. Los gases inertes contenidos en los reactivos, como por ejemplo el hidrógeno y el nitrógeno, se acumulan en la parte superior del aparato 11 donde se forma la

290269

24



suspensión y son enviados a la columna 14.

Para recobrar el amoníaco y al anhídrido carbónico contenidos en dichos gases, se lavan estos en la columna 14 con una solución acuosa de carbamato amónico introducida por medio de la bomba 20 y luego se descargan por la válvula 28 mientras se envia la solución de carbamato, por medio de la bomba 15, al calentador previo 17 y más tarde a la columna de destilación 16.

10. La destilación se efectúa a presión de 16 atmósferas y los vapores de carbamato, que contienen unicamente 3% de vapor, se envian al aparato 11 donde se forma la suspensión.

15. La lechada de amoníaco y carbamato (suspensión de carbamato sólido en amoníaco líquido) se envia primeramente, por medio de la bomba 12, al cambiador 2, donde se le calienta previamente a 120° C utilizando el calor del agua de condensación procedente del destilador 9, y luego se introduce en el reactor.

20. La solución de urea que sale del separador 10 a la presión de la segunda etapa (en el ejemplo que aqui se expone, a la presión de 16 atmósferas y a la temperatura de 170° C), contiene todavía alrededor del 3% de carbamato. Este se recobra facilmente dilatando la solución procedente de 10 por la válvula 12 hacia el separador 21 hasta la presión atmosférica o hasta una presión cercana a la atmosférica; se obtiene una evaporación rápida a costa de su calor vivo y el carbamato se disuelve (es decir, se absorbe en el agua) en el refrigerador 18 junto con el vapor.

24



290269

5. La solución que se recoge en el depósito 19, que contiene alrededor de 20% de carbamato, es enviada por medio de la bomba 20 a la columna 14, a una presión de 13 a 25 atmósferas (por ejemplo, 16 atmósferas) para absorber ulteriormente el carbamato contenido en los gases inertes que se descargan a la atmósfera.

10. La solución de urea que sale del separador 21 pasa por la válvula 29 y es evaporada en vacío en el destilador 22 hasta llegar a la concentración del 99%. Luego por medio de la bomba 31, se la rocía desde la parte superior de la torre 27 según método convencional, para obtener una sal seca destinada a usos agrícolas. Los vapores destilados 22 se condensan en 23; el agua condensada se separa en 24 y se descarga en 26, mientras que los componentes no condensables se extraen por medio de la bomba de vacío 25.

15. La expresión "carbamato" se usa aquí siempre para significar "carbamato de amonio".

20. El dibujo adjunto tiene carácter meramente ilustrativo, sin limitación. Por ejemplo, la reciclización de los reactivos no convertidos puede ser tan solo parcial en lugar de total, a elección, en caso de que sea conveniente disponer de parte de ello en otra forma.



29 0269

N O T A

Descrito el objeto de la invención, se declaran nuevas y de propia invención, las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la demanda italiana del número 15.496/62 de 27 de Julio de 1.962.

5. 1. Un procedimiento para la producción de urea a base de amoníaco y anhídrido carbónico, con reciclización, por lo menos parcial, al reactor de síntesis de urea de los reactivos no convertidos que se separan en tres fases distintas de presión y se reúnen en forma de una suspensión de carbamato amónico cristalizado, en amoníaco líquido, caracterizado por el hecho de que dicha suspensión se forma a presión de 13 a 25 atmósferas en un recipiente enfriado por agua y equipado con medios especiales para mantener en suspensión en el amoníaco las partículas de carbamato.
- 10.
- 15.
20. 2. Un procedimiento según se define en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que como medio para mantener en suspensión el carbamato se emplea una bomba impulsora incorporada al recipiente en que se efectúan la condensación del amoníaco y la cristalización del carbamato.



24

29 0269

3. Un procedimiento según se define en las reivindicaciones 1 o 2, caracterizado por el hecho de que la presión de la solución de urea que contiene carbamato y amoníaco, que sale del reactor, se reduce en la primera etapa o fase a una presión superior a 60 atmósferas, para permitir la utilización del calor latente del amoníaco evaporado a nivel de temperatura suficientemente alto; se reduce en la segunda fase a 13 - 25 atmósferas, causando un ulterior evaporación del amoníaco y posiblemente de anhídrido carbónico y agua, con la disminución consiguiente de la temperatura a 110° C-130° C; y en la tercera etapa se reduce la presión total a nivel atmosférico o casi atmosférico.
- 5.
- 10.

4. Un procedimiento según se define en cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que en la segunda fase la solución de urea y carbamato a temperatura de 110° C-130° C se introduce por la cúspide de una columna de destilación donde se evapora el carbamato a presión de 13 a 25 atmósferas; y al salir la solución por el fondo de la columna, se la calienta rápidamente hasta 170° C-180° C de tal manera que se obtengan vapores de carbamato con 3% de vapor por lo menos, y una solución acuosa de urea con 3% de carbamato por lo menos, y 0,5% de biuret a lo sumo.
- 15.
- 20.

5. Un procedimiento según se define en cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que la solución de urea que sale de la columna de destilación en la segunda fase es dilatada a presión
- 25.



29 0269

atmosférica o a presión cercana a la atmosférica, para causar la evaporación del carbamato residual, que luego se condensa junto con el vapor presente.

5. 6. Un procedimiento según lo definido en cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que la solución acuosa de carbamato, condensada a presión atmosférica, se utiliza para lavar a presión de 13 a 25 atmósferas los gases inertes que salen del aparato en que se forma la suspensión de carbamato.
10. 7. Un procedimiento según se define en cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que la solución acuosa utilizada para la recuperación del carbamato se destila a presión de 13 a 25 atmósferas y los vapores de carbamato se recondensan en el amoníaco líquido.
15. 8. Un procedimiento para la producción de urea.

20. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de trece páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras, acompañadas de una lámina de dibujos.

Madrid, a 24 de Julio de 1.963.

MONTECATINI, SOCIETA GENERALE PER L'INDUSTRIA
MINERARIA E CHIMICA.

p.a.

JANNE ISEPN MIRALLES

R.P.

