

13 JUL 1964



P - 26.580

File P/517

Rehecha I.

298266

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

d e

PATENTE D E INVENCION

fomulada el 3 de abril de 1.964 con el nº 298.266

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

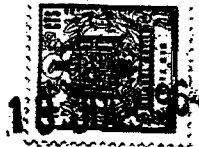
a nombre de THE LUMMUS COMPANY, entidad norteamericana, establecida en 385 Madison Avenue, Nueva York, N.Y., Estados Unidos de América, por:

"UN METODO PARA PREPARAR UREA GRANULADA"

Este invento se refiere a la preparación de urea sólida y más particularmente, se refiere este invento a un método mejorado de preparar gránulos de urea con un contenido de biuret menor de 0,5%.

5 Es bien conocido que cuando amoniaco y dióxido de carbono o compuestos de estos, tales como carbonato amónico, bicarbonato, carbamato o cuerpos similares son sometidos a temperaturas elevadas dentro de un sistema cerrado, se generan presiones elevadas y se forma urea.

10 Por ejemplo, se ha llevado a cabo síntesis de urea a



✱

presiones de desde 200 hasta 350 atmósferas en un auto
clave mantenido a temperaturas entre 160°C y 220°C. Du
rante la reacción de síntesis el amoniaco y el dióxido
carbónico primariamente se combinan exotérmicamente pa
5 ra formar carbonato amónico, el cual, a la temperatura
de la reacción es transformado lentamente en urea y
agua. La mezcla efluente resultante de la reacción con-
tiene además de urea y agua, residuos no combinados de
los materiales de partida y carbamato amónico, bicarbona
10 to y carbamato. El agua formada durante la deshidrata-
ción del carbamato de amonio es condensada debido a la
presión prevaleciente y forma de este modo un absorben
te para la urea.

Ha sido el procedimiento usual que el efluente
acuoso del autoclave sea tratado después, durante lo
15 cual se recuperan amoniaco y dióxido carbónico que no
hayan reaccionado y el agua es vaporizada y removida
de forma que se obtiene un producto de urea sólida re-
lativamente pura. Tales procedimientos de evaporación
20 completa en el pasado han sido económicamente no satis-
factorios, debido a que la masa cristalina dura resul-
tante tiene que ser machacada para dar sólidos de for-
ma y tamaño utilizables. Además, la evaporación de agua
de una solución desgasificada de urea para obtener una
25 forma sólida altamente concentrada de urea o de masa
fundida de urea ha tenido el resultado de que las im-
purezas de la solución permanezcan en la forma de pro-
ducto de urea. Tales impurezas son introducidas general
mente dentro de los sistemas de proceso de síntesis de
30 urea o de solución de síntesis por dos caminos. Los ga

290000



ses de alimentación de la reacción (amoníaco y dióxido de carbono) constituyen una primera fuente de impurezas puesto que estos gases nunca se hallan en un estado puro al 100%. La segunda fuente de impurezas de importancia es la propia planta de síntesis y de tratamiento de la masa fundida de síntesis. Los depósitos a presión, tuberías, bombas, compresores y válvulas proporcionan una fuente constante de contaminantes, incluyendo aceite, grasa, metales y sales metálicas.

La urea producida sólida se obtiene normalmente en la forma granulada o cristalina. De acuerdo con procedimientos conocidos, la urea en la forma granulada contiene por lo menos 0,8% de biuret, como resultado de la duración del periodo durante el cual se mantiene a una temperatura encima de su punto de fusión la urea en estado fundido, antes de introducirla en la torre de granulación. Por otra parte ha sido preparada urea cristalina que tiene un contenido de biuret de menos de 0,2%. Sin embargo, la urea cristalina no es una forma de urea sólida tan deseable como lo son los gránulos.

Una característica del invento es proporcionar un proceso mejorado de preparar gránulos de urea que tengan un contenido de biuret de menos de 0,5%.

Otra característica del invento es proporcionar un método mejorado de formar gránulos de urea que tengan un contenido de biuret de menos de 0,5%, empleando técnicas de suspensión fluidificada.

Todavía otra característica del invento es proporcionar un proceso mejorado para preparar gránulos de

298230



urea que tengan un contenido de biuret menor de 0,5%,
utilizando un aceite mineral u otro líquido inerte co-
mo medio fluidificante.

Aún otra característica del invento es proporció-
nar un proceso para preparar gránulos de urea a partir
de cristales de urea, en los cuales el incremento en
contenido de biuret es menor de 0,1%.

Otros procesos han sido desarrollados que inclu-
yen la reacción de amoníaco y dióxido de carbono para
formar urea, en los cuales la reacción es efectuada
en un medio diluyente inerte, tal como en hidrocarbu-
ros de petróleo viscosos o aceites minerales o metanol.
El invento no se refiere a la preparación de urea en
un medio inerte o a la concentración de una solución
de urea, sino se refiere a un método de preparar grá-
nulos de urea de bajo contenido de biuret a partir de
urea cristalina.

De acuerdo con el invento, cristales de urea que
contengan menos de un 0,4% de biuret son introducidos
en un recipiente dentro de una corriente ascendente de
aceite mineral u otro líquido inerte calentado hasta
una temperatura encima del punto de fusión de la urea
y forman una suspensión fluidificada de los cristales
dentro del aceite mineral. La amplia superficie de con-
tacto entre los cristales de urea y el aceite mineral
trae consigo una rápida transferencia de calor desde
el aceite a los cristales. Después de fundir se forman
gotitas de urea y descienden hasta el fondo de la calde-
ra como resultado de la forma fusiforme de estas goti-
tas. Gotitas mayores de urea pueden ser formadas por



gotitas menores que se unen entre sí y descienden hasta el fondo del depósito a una velocidad mucho mayor. La temperatura del aceite introducido dentro de la caldera es mantenida de modo que la temperatura a la cual el aceite abandona la caldera es muy próxima al punto de fusión de la urea. La urea fundida fluye dentro de un conducto colocado verticalmente montado debajo de la caldera. La altura del conducto es al menos de 305 mm y es suficiente para proporcionar una intercara dentro del conducto entre la urea fundida y el aceite mineral para permitir al aceite mineral separarse de la masa fundida de urea. El diámetro del conducto es suficientemente grande para hacer mínimo el arrastre de aceite mineral en la masa fundida de urea, que es pasada a continuación a una torre de granulación. El nivel de intercara dentro del conducto es mantenido a una altura determinada por la altura del punto de descarga de un conducto de salida a la torre de granulación y el nivel estático del aceite mineral en la caldera. De esta manera, la masa fundida de urea puede ser pasada a la torre de granulación sin la ayuda de medios mecánicos.

El invento se describe con más detalle haciendo referencia a los dibujos adjuntos que ilustran una forma de realización preferida del invento para preparar gránulos de urea que tengan un contenido de biuret de menos de 0,5%.

Refiriéndonos al dibujo, urea cristalina en la tubería 10 es introducida dentro de un recipiente, globalmente designado por 11, y compuesto de paredes latera-

298268



les 12 y fondo inclinado 13. Un tabique 14 se encuentra situado en el centro del recipiente 11, formando una zona de flujo hacia arriba 15 y una zona de flujo hacia abajo 16. Aceite mineral u otro líquido inerte es introducido dentro del depósito 11 a través de la conducción 17 y forma esencialmente una suspensión fluidificada de cristales de urea en la zona 15. El aceite mineral u otro líquido inerte es calentado hasta una temperatura suficiente para fundir los cristales de urea introducidos en el recipiente 11 por medio de la tubería 10, preferiblemente a temperatura de desde 135°C hasta 140,6°C. La cantidad de aceite mineral introducido dentro del recipiente 11 se hace tan grande como resulte realizable para hacer mínimo el calentamiento excesivo del aceite que suministra el calor de fusión a los cristales de urea. Además, la velocidad del aceite a través de la zona 15 del recipiente 11 es determinada por el tamaño de los cristales de urea y es regulada de forma que los cristales introducidos dentro del recipiente 11 por medio de la tubería 10 sean fundidos, provocando el descenso de las gotitas resultantes hasta el fondo de la caldera 11, en menos de 30 segundos. La velocidad del aceite mineral que pasa a través de la zona 15 de la caldera 11 puede ser regulada por la situación vertical del tabique 14 en la caldera 11 o por la velocidad a la cual es introducido el aceite dentro de la zona 15. Una pequeña parte de gotitas de urea puede ser traspasada a la zona 16 de la caldera, debido a que los cristales de urea introducidos en la caldera 11 contendrán cierta cantidad de finos.



En este caso, las gotitas descienden hasta el fondo de la zona 16, siendo obligada la urea fundida a pasar desde allí por gravedad a través de la abertura entre la parte inferior del tabique 14 y el fondo de la caldera 11. Por lo tanto, la zona de flujo hacia abajo 16 se ha previsto para eliminar la posibilidad de que pasen gotitas de urea a través del ciclo de calefacción de aceite mineral.

El fondo 13 de la caldera 11 está inclinado de modo que la masa fundida de urea pase a la parte inferior de la caldera 11. En la parte inferior del tanque 11 hay provista una tubería de salida del fondo, designada globalmente por 18. La masa fundida de urea penetra en la tubería de salida 18 y es eliminada a través de la tubería 18 y pasada por tubos provistos de camisas de vapor 19, 20 y 21 a una torre de granulación (no representada). El diámetro de la tubería de salida 18 es relativamente grande de modo que resulte mínimo el atrapamiento o arrastre de cualquier tipo de gotas de aceite mineral en la masa fundida de urea recogida en la tubería de salida 18. La altura de la tubería 18 es suficiente para mantener un nivel de intercara en la tubería 18 para permitir al aceite mineral separarse de la masa fundida de urea. El nivel de intercara entre la masa fundida de urea y el aceite mineral es mantenido en la tubería 18 y es determinado por la altura del tubo 20 y el nivel superior del aceite mineral en la caldera.

El aceite mineral es eliminado de la caldera 11 a través del tubo 22 por la bomba 23 y es pasado a tra

08266



vés del tubo 24 al cambiador de calor 25. El aceite mineral es calentado en el cambiador de calor 25 y es introducido de nuevo dentro del tanque 11 a través del tubo 17. Como ha sido mencionado anteriormente, la temperatura de entrada del aceite mineral es mantenida a una temperatura tal que el aceite mineral separado de la caldera 11 se encuentre a una temperatura muy próxima al punto de fusión de la urea, después de suministrar el calor de fusión a los cristales de urea.

Un ejemplo específico de un método preferido de operación se expone a continuación, siendo solamente con fines ilustrativos y no para ser considerado como limitación del invento en cualquier sentido.

907 gramos por hora de cristales de urea con un contenido de biuret de 0,2% y de aproximadamente 50 mallas son introducidos dentro de la zona de flujo ascendente 15 de la caldera 11. 432 litros por minuto de aceite mineral con una densidad de $8,86 \text{ g/cm}^3$ y calentados a una temperatura de $137,8^\circ\text{C}$ son introducidos dentro de la zona 15 de la caldera 11 para suministrar el calor de fusión a los cristales de urea. La urea fundida, a una temperatura de $137,8^\circ\text{C}$, es retirada a través del tubo 18 y pasada a través de los tubos 19, 20 y 21 a una torre de granulación. Un tiempo de tránsito de 57 segundos transcurrieron entre el momento en que los cristales de urea fueron introducidos dentro de la caldera 11 y el en que los gránulos se formaron consecuentemente en la torre de granulación (no representada). 907 g/h de gránulos de urea conteniendo un 0,3% de

298286



biuret fueron retirados de la torre de granulación.
Por lo tanto, hubo un incremento neto de 0,1% de biuret.

5 La presente solicitud que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América, con fecha 4 de abril de 1.963, bajo el número 270.723, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

10

N O T A

15 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:

20 1.- Un método para preparar urea granulada que tiene un contenido de biuret de menos de 0,5%, que comprende: introducir urea cristalina que tiene un contenido de biuret de menos de 0,2% en una zona de fusión; formar en la zona de fusión una suspensión fluidificada de dichos cristales en una corriente fluyente hacia arriba de un líquido inerte calentado hasta una temperatura superior al punto de fusión y por debajo de la
25 temperatura de descomposición de la urea; retirar la urea fundida de la zona de fusión; y formar gránulos de urea que tienen un contenido de biuret de menos de 0,5% en una zona de granulación.

30

2.- Un método de acuerdo con el punto 1 en que

7 98266



el líquido inerte es hecho pasar a contracorriente respecto de los cristales de urea que fluyen hacia abajo en la zona de fusión.

5 3.- Un método de acuerdo con los puntos 1 ó 2 en que la cantidad de líquido inerte que pasa a través de la zona de fusión está controlada de forma que se funden los cristales de urea y el tiempo de permanencia de la urea a través de la zona es menos de 30 segundos.

10 4.- Un método de acuerdo con cualquiera de los puntos 1 a 3 en que el líquido inerte es hecho pasar desde la zona de fusión a través de una zona de recuperación en la que son recogidas gotitas adicionales de urea.

15 5.- Un método de acuerdo con cualquiera de los puntos 1 a 4 en que es retirado líquido inerte de la zona de recuperación.

20 6.- Un método de acuerdo con cualquiera de los puntos 1 a 5 en que la urea fundida recogida en la zona de recuperación es hecha pasar a la zona de fusión.

25 7.- Un método de acuerdo con cualquiera de los puntos 1 a 6 en que la urea fundida es hecha pasar desde la zona de fusión a una zona de separación de altura y área de la sección transversal suficientes para proporcionar una intercara entre el líquido inerte y la urea fundida para permitir que la urea fundida se separe del líquido inerte, con lo que se reduce al mínimo el arrastre del líquido inerte.

30 8.- Un método de acuerdo con cualquiera de los puntos 1 a 7 en que la urea fundida es hecha pasar a

2 98266



una torre de granulación sin medios mecánicos.

9.- Un método de acuerdo con cualquiera de los puntos 1 a 8 en que el líquido inerte es un aceite mineral.

5 10.- Un método de acuerdo con cualquiera de los puntos 1 a 9 en que el líquido inerte introducido en la zona de fusión es calentado a una temperatura entre 135°C y 140,6°C.

11.- Un método para preparar urea granulada.

10 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en el dibujo que se acompaña y para los fines que se han especificado.

La presente Memoria consta de once hojas, escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid,

P. A.

13 JUL 1964
Alberto de Elzaburu
Per Proca
[Handwritten signature]

298266

IAS/.
[Handwritten initials]

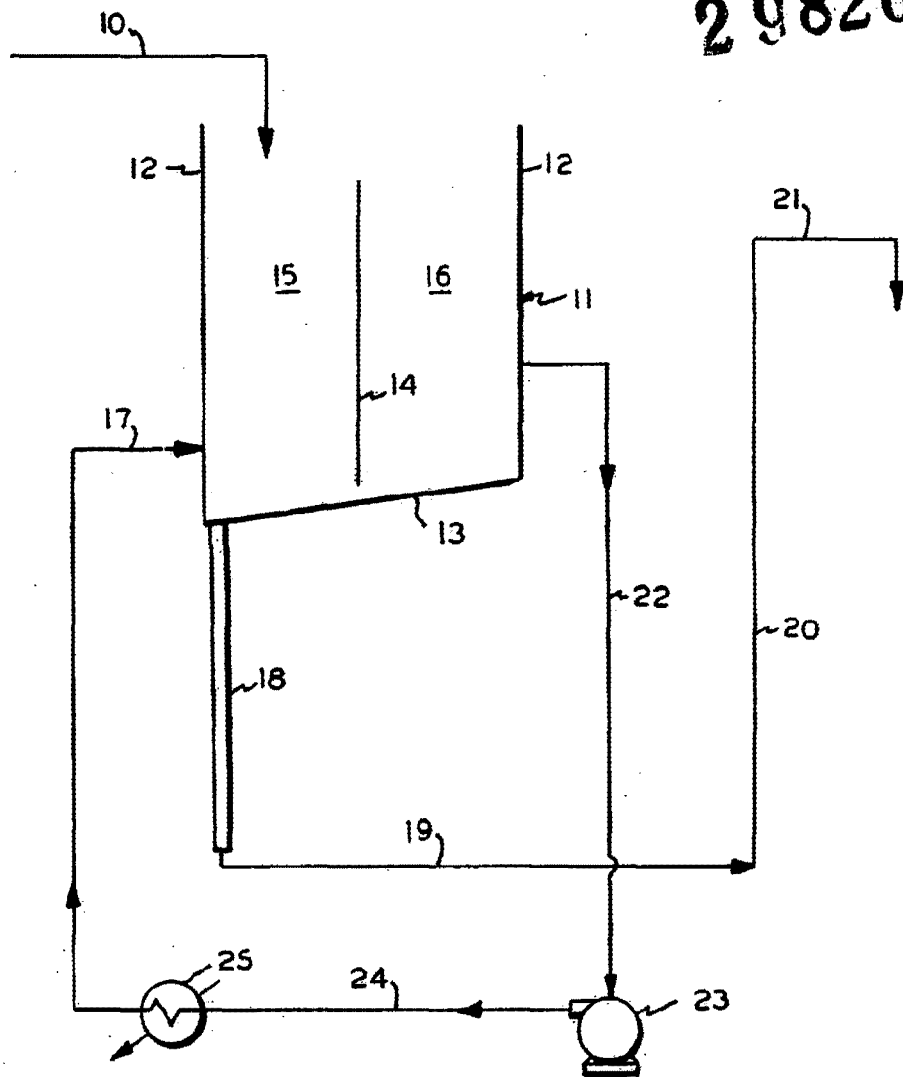
ESCALA VARIABLE

THE LUMMUS COMPANY I/I

SPAIN



298266



Alberca de Gizeburu
Por Indica