



PATENTE DE INVENCION

C 07 C 127/04

Grupo 4º, Clase 40º

343801

343801

M E M O R I A D E S C R I P T I V A

sobre:

"PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE UREA CRISTALIZADA CON
UN BAJO CONTENIDO DE BIURET".

Solicitante: SNAM PROGETTI S.p.A.
Entidad italiana, establecida en
MILANO (Italia), Corso Venezia, 16.

Prioridad: Solicitud de Patente italiana
Nº 20733 Reg. A., depositada en
27 de Julio de 1966.



La presente invención se refiere a un procedimiento para la obtención de urea cristalizada con un bajo contenido de biuret.

Son conocidos muchos productos químicos normalmente obtenidos en estado cristalizado, tales como sulfato amónico, urea, melamina, nitrato amónico, etc.

Es igualmente sabido que corrientemente, para obtener productos químicos cristalizados mediante los procedimientos más convencionales, se hacen pasar soluciones sobresaturadas de dichos productos por centrifugadoras para separar los cristales de las aguas madres.

Para obtener un producto cristalizado de elevada pureza son utilizados sistemas centrífugos de lavado sobradamente conocidos.

Dichos lavados, que de acuerdo con las circunstancias, pueden ser llevados a cabo con los propios licores madres o mediante agua de tratamiento, disuelven la parte exterior de los cristales que es la que contiene la mayor parte de las impurezas. Este sistema de lavado de cristales es también empleado para obtener urea cristalizada de bajo contenido de biuret, siendo el biuret un compuesto formado principalmente en el proceso de concentración de la urea.

La urea de bajo contenido de biuret es requerida para algunos usos especiales; en agricultura, la fertilización de hojas (tabaco, plátanos, algodón, etc.) requiere el uso de urea con un bajo contenido de biuret, ya que éste perjudicaría a las hojas.

343801



1967

También es requerida la urea de bajo contenido de biuret para ciertos usos industriales muy particulares (productos farmacéuticos, resinas, etc.).

Como se ha dicho ya, la urea pobre en biuret puede ser obtenida con el mismo procedimiento conocido de cristalización y lavado centrífugo, aplicado en la producción de muchos otros productos químicos puros. Generalmente el lavado se lleva a cabo con agua de tratamiento y todo el biuret contenido en la solución primitiva, pasada por la centrifugadora, permanece prácticamente en las aguas madres.

Si las aguas madres son recicladas al 100 % en el sistema de cristalización, la urea producida contendrá todo el biuret presente en la solución primitiva de alimentación.

Extrayendo la totalidad de las aguas madres puede obtenerse urea prácticamente libre de biuret, pero ello trae consigo la pérdida de considerables cantidades de urea contenida en las aguas madres.

Normalmente se realiza sólo una descarga parcial del agua madre rica en biuret, puesto que un bajo contenido de biuret en el producto cristalizado producido es tolerado (0'05 - 0'1%).

Por ello, también en la producción de urea cristalizada con un contenido en biuret de 0'05 - 0'1%, subsiste el problema de la reutilización de las aguas madres descargadas ricas en biuret, las cuales contienen normalmente de 10-20% de la totalidad de la urea producida.

Es sabido que los procedimientos convencionales para

343801

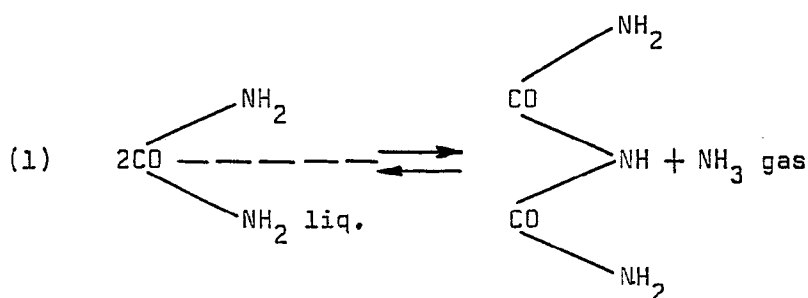


22

obtener la citada reutilización consisten en el reciclado de las aguas madres descargadas en el reactor de síntesis, con lo cual se obtiene la retrogradación del biuret a urea.

Con esta finalidad son recicladas generalmente las aguas madres, posiblemente después de ser sometidas a otros tratamientos con la finalidad de conseguir una mejor utilización de las mismas, por medio de sistemas de condensación de carbamatos.

Dichos procedimientos se basan en la conocida ecuación de equilibrio siguiente:



Resulta evidente de la ecuación (1) que la presencia de amoníaco y una elevada presión (la reacción de formación del biuret tiene lugar con un aumento de volumen) favorecen la retrogradación del biuret a urea.

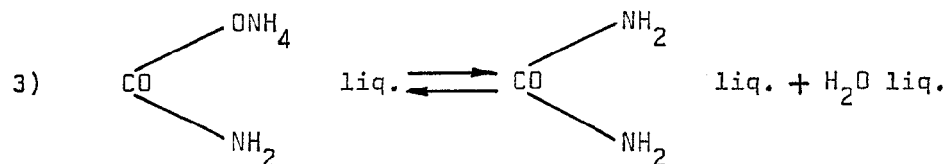
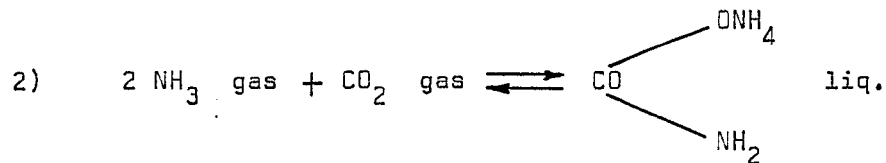
De acuerdo con los procedimientos conocidos, la descarga de las aguas madres de alto contenido en biuret es reciclada en el reactor de síntesis, en donde hay un exceso de amoníaco y una elevada presión, lo cual permite obtener una parcial retrogradación del biuret contenido en las aguas madres.

343801



Por otra parte, tal retrogradación no puede forzarse demasiado por la existencia de una insuficiente presión parcial del amoníaco y la presencia de otros productos gaseosos.

Además, todos los procedimientos mencionados presentan la importante desventaja de que la introducción de agua y urea en el reactor interfiere considerablemente la reacción de formación de la propia urea. Las reacciones básicas que tienen lugar en el reactor de síntesis de urea son, en sí, conocidas:



10 Resulta evidente de la ecuación (3) que la introducción de agua y urea en el reactor reduce fuertemente el rendimiento de la conversión.

Por consiguiente, con los procedimientos conocidos los tamaños de todos los aparatos de la instalación de síntesis deben ser aumentados (reactor, descomponedor de carbamato, etc.) con un considerable incremento en el coste de la planta.

22



Además, los medios necesarios (vapor, energía, agua de refrigeración) se incrementan considerablemente de resultados de la reducción de la conversión para cada pasada a causa de la introducción de las aguas madres en el reactor y por el incremento resultante del compuesto no reaccionado (carbamato) a ser reciclado.

Un objetivo de la presente invención es proporcionar un sistema que permita obtener urea cristalizada con un bajo contenido de biuret, eliminando las desventajas de los procedimientos conocidos.

La urea cristalizada con un bajo contenido de biuret, obtenida según el procedimiento de la presente invención, puede ser utilizada ya sea directamente tal como se produce, ya sea reducida a pastillas o transformada en un granulado de urea mediante una fusión efectuada según cualquier procedimiento conocido. El procedimiento según la presente invención es aplicable al proceso de síntesis de urea a partir de anhídrido carbónico y amoníaco que constituye el objeto de la Patente Británica Nº 1.031.528 y de la solicitud de Patente Británica Nº 7144/65.

De acuerdo con la mencionada Patente, el reciclado del carbamato no transformado en urea en el reactor tiene lugar a elevada presión ($50-300 \text{ kg/cm}^2$), en tanto que en el descomponedor de carbamato, que trabaja a $50-300 \text{ kg/cm}^2$, se inyecta amoníaco gaseoso a contracorriente con la solución de urea, obteniéndose de este modo la completa disociación y separación del carbamato existente en la solución de urea.

343801



JUL. 1967

De acuerdo con la presente invención, las aguas madres descargadas del sistema de cristalización, son introducidas en dicho descomponedor de carbamato.

Se ha descubierto, en efecto, que el biuret existente
5 en la solución introducida (aguas madres) es rápidamente retrogradado a urea con la ayuda de la presencia del amoníaco en contracorriente sin afectar negativamente la disociación del carbamato. En el descomponedor de carbamato existe de hecho una atmósfera gaseosa progresivamente más rica en amoníaco y que en su parte más inferior consiste prácticamente
10 en amoníaco puro a una presión de 50-300 kg/cm².

De ello se deduce que la retrogradación del biuret en tales condiciones tiene lugar en muy poco tiempo y por consiguiente la aplicación del procedimiento de la presente invención no cambia el ciclo completo de la instalación de producción de urea.
15

Por tanto, con el sistema descrito es posible recuperar la descarga de las aguas madres procedentes de la sección de cristalización, sin causar trastornos en la sección de síntesis, que se presentan en los procedimientos conocidos, y lográndose además la ventaja de operar en presencia de excesos y presiones de amoníaco mayores que los del reactor de síntesis.
20

Esta invención permite lograr notables ventajas en costes de instalación y medios de explotación.
25

Una forma de realización típica, pero no limitativa, de una instalación para la realización del procedimiento objeto

343801



de la presente invención queda ilustrada esquemáticamente en la Fig. 1.

Queda bien entendido que son posibles otras formas de realización de la invención y que con la siguiente descripción no se pretende limitar la invención al caso ilustrado.

La solución de urea, procedente de las zonas de síntesis y concentración, sale del separador 1 y es transportada por medio de la bomba 2 hasta la cuba de cristalización 3 a través del conducto 4. En la cuba de cristalización 3 la solución de urea es enfriada y concentrada por medio de cualquier sistema convencional, es decir, manteniendo la cuba de cristalización bajo vacío, introduciendo aire, etc. En la cuba de cristalización 3 se obtiene una solución sobresaturada de urea que contiene una parte de cristales en suspensión que a través del conducto 5 alimenta a la centrifugadora 6. En la centrifugadora 6 se introduce el agua de lavado por medio del conducto 31 para efectuar el lavado de los cristales separados por la misma centrifugadora. Los cristales pobres en biuret (0'05 - 0'1) son llevados por medio de la cinta transportadora 7 a un sistema convencional de secado 8. El producto seco es enviado para su utilización por medio de la cinta transportadora 9.

El agua madre, separada en la centrifugadora 6 a través del conducto 10, es recogida en el depósito 11, desde el cual, a través de la bomba 12 y el conducto 13, es parcialmente reciclada a la cuba de cristalización y parcialmente (descarga del agua madre), por medio de la bomba 14 y conducto 15,

343801



es conducida al descomponedor de carbamato 16. En el descomponedor de carbamato 16 las aguas madres son añadidas a la solución de urea procedente del primer descomponedor de carbamato 17 (alimentado por el conducto 35) a través del conducto 18 y circulan a través del descomponedor 16 a contracorriente con amoníaco gaseoso puro introducido en el descomponedor a través del conducto 19.

Las condiciones de trabajo del descomponedor de carbamato 16 son : temperatura 150-200°C, presión 50-300 kg/cm².

10 Del descomponedor 16, el total de la solución de carbamato-urea libre, comprendiendo vestigios de biuret, es enviada a través del conducto 20 al separador 21, que trabaja a la presión de 15-25 kg/cm². En el separador 21 es separada la mayor parte de amoníaco todavía contenida en la solución de urea. La solución acuosa de urea extraída del separador 21 y 15 conteniendo todavía vestigios de amoníaco es enviada a través del conducto 22 y del evaporador 23 al separador 1 que trabaja a presión de 0'6 - 1 kg/cm².

Los vapores procedentes de 16, 21, y 1 alimentan el sistema de condensación de la solución de carbamato 24. De dicho sistema, la solución de carbamato pasa a través del conducto 25 al reactor 26; el amoníaco se junta mediante la conducción 27 con el amoníaco recién alimentado que, a través del conducto 28, la bomba 29 y el precalentador 30, alimenta al 25 reactor 26.

El amoníaco gaseoso conducido al descomponedor de carbamato 16 a través del conducto 19, es obtenido preferiblemente

343801



1967

por expansión de la solución procedente del reactor 26 en el separador 32, el cual trabaja a $10 + 150 \text{ kg/cm}^2$.

El anhídrido carbónico de alimentación es llevado por medio del conducto 33 y el compresor 34 al reactor 26, el
5 cual trabaja a $180 + 300 \text{ kg/cm}^2$ y $180 + 240^\circ\text{C}$.

A continuación se describe un ejemplo, con relación a una forma de realización del procedimiento, que no debe ser interpretado en sentido de limitación de la invención al caso descrito.

10 Ejemplo:

En un sistema, realizado de acuerdo con el esquema ilustrado en la Fig. 1, se llevó a cabo el procedimiento objeto de la invención empleando las condiciones operativas referidas en la tabla 1.

15 La tabla 1 contiene las condiciones operativas y las composiciones en peso de las diferentes sustancias salientes. Los números de referencia son los correspondientes al dibujo 1.

343801



22-11-1967

Tabla 1

NUMEROS DEL DIBUJO 1	4 % en p.	7 % en p.	9 % en p.	10 % en p.	13 % en p.	15 % en p.
Urea	80.00	98.00	99.80	70.00	70.00	70.00
NH ₃	-	-	-	-	-	-
CO ₂	-	-	-	-	-	-
H ₂ O	19.60	1.95	0.10	27.50	27.50	27.50
Carbamato	-	-	-	-	-	-
Biuret	0.40	0.05	0.10	2.50	2.50	2.50
	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
Temperatura Grados C	120	50	90	50	50	70
Presión kg/cm ² abs.	0.8	1	1	1	3	100

NUMEROS DEL DIBUJO 1	18 % en p.	20 % en p.	22 % en p.	31 % en p.	35 % en p.	
Urea	40.10	50.00	70.00	-	40.10	
NH ₃	23.30	30.00	6.00	-	25.50	
CO ₂	3.60	-	-	-	-	
H ₂ O	16.10	19.75	23.70	100.00	16.10	
Carbamato	11.75	-	-	-	18.15	
Biuret	0.15	0.25	0.30	-	0.15	
	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	
Temperatura Grados C	190	190	150	-	180	
Presión kg/cm ² abs.	100	100	17	-	120	

343801



JUL. 1967

N O T A

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de ponerlo en práctica, se hace constar que todo cuanto no altere, cambie o modifique su principio fundamental, puede quedar sometido a variaciones de detalle. También se hace constar que esta invención corresponde a la descrita en la Solicitud de Patente Nº 20733 Reg. A., depositada en Italia en 27 de Julio de 1966, cuya prioridad se reivindica de acuerdo con los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo esencial y por lo que se solicita Patente de Invención, por veinte años, lo que queda resumido en las siguientes reivindicaciones:

1ª.- Procedimiento para la obtención de urea cristalizada con un bajo contenido de biuret, caracterizado porque el biuret presente en la solución con la urea, se transforma en urea por la acción de amoníaco gaseoso prácticamente puro, inyectado a contracorriente a una temperatura entre 170 y 220°C y a una presión entre 50 y 300 kg/cm² en el descomponedor de carbamato, simultáneamente con la descomposición del propio carbamato procedente de la zona de síntesis.

2ª.- Procedimiento para la obtención de urea cristalizada con un bajo contenido de biuret, en el que la urea es obtenida en estado cristalizado por medio de una centrifugación y un lavado en una centrifugadora con agua, siendo parcialmente extraídas del sistema las aguas madres resultantes ricas en biuret, caracterizado porque la descarga de dichas aguas madres es introducida en el mismo aparato en el que tie-

343801



ne lugar la descomposición del carbamato contenido en la
solución de urea procedente del reactor, y porque en dicho
aparato se mantiene una contracorriente de amoníaco gaseoso
a temperatura entre 170 y 220^oC y a una presión entre 50 y
5 500 kg/cm².

3^a.- PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE UREA CRISTALI-
ZADA CON UN BAJO CONTENIDO DE BIURET,
tal y como queda descrito y reivindicado en la presente me-
moria que consta de trece hojas mecanografiadas por una sola
10 cara y de una lámina de dibujos.

BARCELONA, 22 de Julio de 1967.

SNAM PROGETTI S.p.A.
P.P.

J. BOMEZ-ACEBO Y MODET

p.p. Firmado: W. Stokell Signer

343801

Esquema

343801

343801

22

22

7

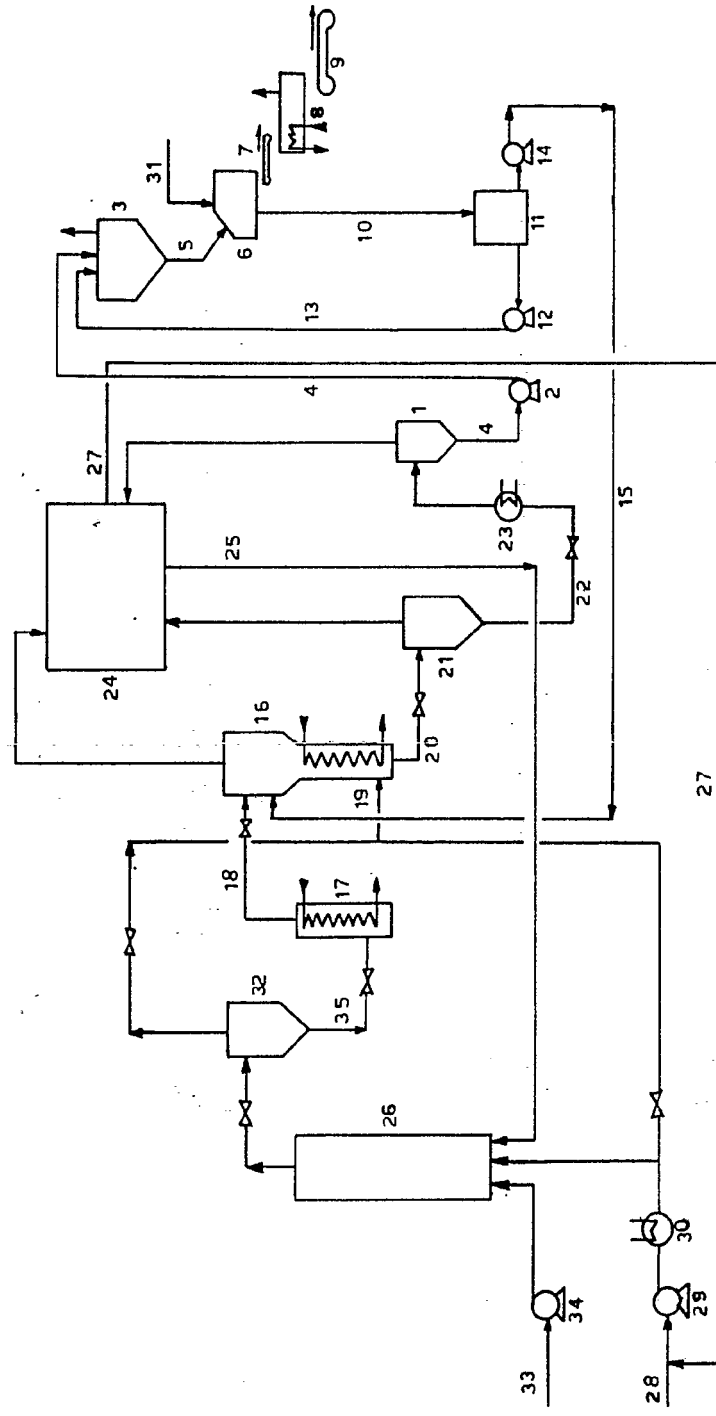


Fig. 1

BARCELONA, 22 de Julio de 1967
 SNAM PROGETTI S.p.A.
 P.P.



343801

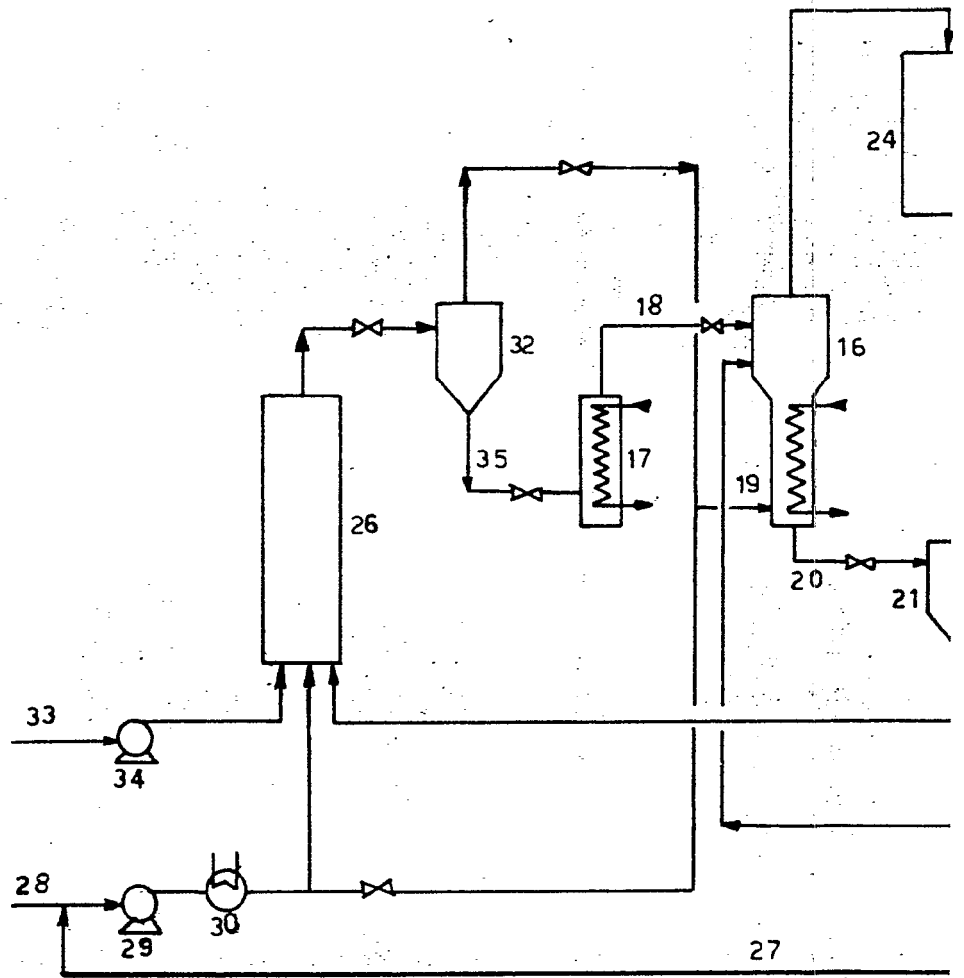


Fig. 1

Esquema

22

343801

22

7

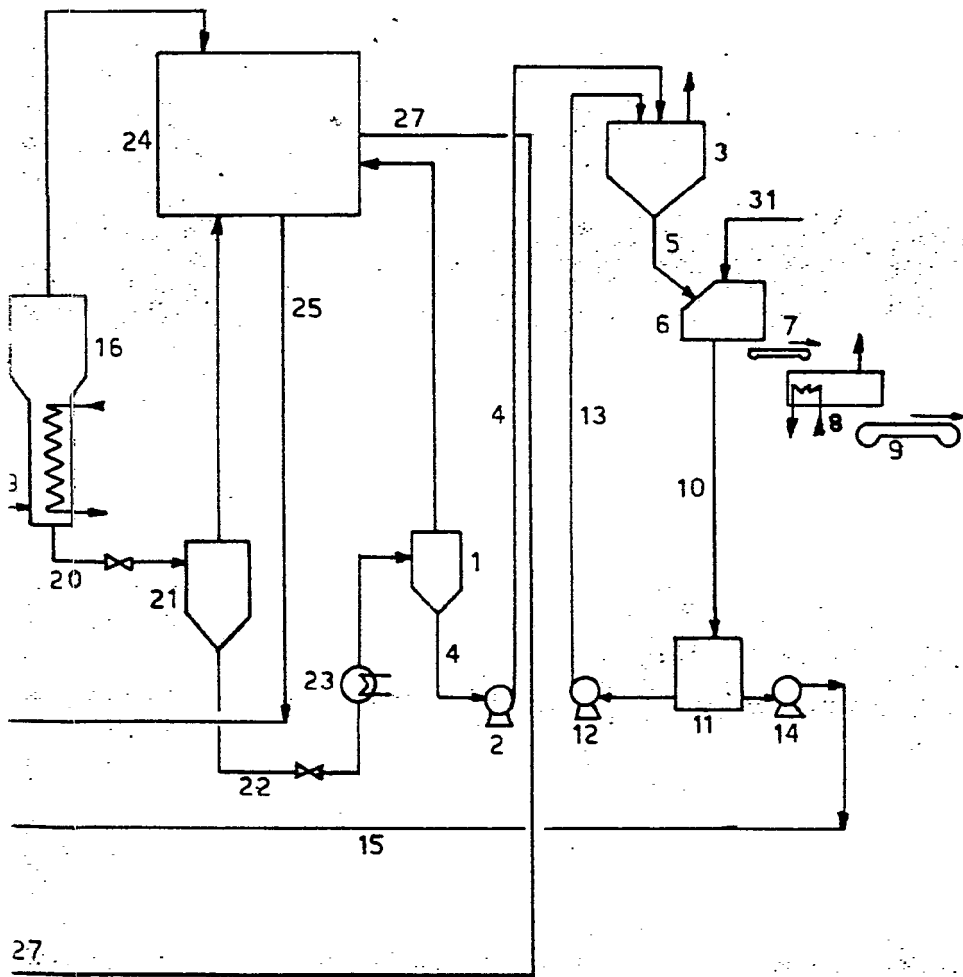


Fig. 1

BARCELONA, 22 de Julio de 1967
SNAM PROGETTI S.p.A.
P.P.

~~GÓMEZ-ACEDO Y ASOCIADOS~~
E. P. HERNÁNDEZ W. GÓMEZ