

374565



SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE <u>C-07</u>
SUBCLASE <u>C</u>

PATENTE DE INVENCION

Ref: 0.9012.

## Memoria Descriptiva

sobre:

Procedimiento para la producción continua de una  
solución acuosa de urea.

=====

*Solicitante:* SNAM PROGETTI S.p.A., entidad italiana, residente  
en Corso Venecia, 16, MILAN, Italia.

=====

Este invento se refiere a un procedimiento  
para la producción de urea.

Ya se sabe que en la producción de urea a  
partir de amoniaco y dióxido de carbono, es posi-  
5. ble obtener la total transformación de los reacti

- 2 374565

150



5. vos reciclando aquellos reactivos que no han sido transformados, en una o más etapas. En algunos de los procesos de elaboración conocidos que funcionan basados en este principio, el reciclado total de los reactivos no convertidos se efectuaba en dos o más etapas de reciclado que funcionan a presiones decrecientes del orden de 40 Kg/cm<sup>2</sup> hasta la presión atmosférica.

10. Esta operación se ha mejorado mediante un procedimiento que se caracteriza porque el carbamato sin reaccionar se recicla completamente al reactor de síntesis de urea, en una sola etapa, a una presión elevada.

15. Con este procedimiento, la descomposición del carbamato se efectúa a la presión de la síntesis, llevándolo a cabo en presencia de una corriente de amoníaco gaseoso o dióxido de carbono gaseoso, que se ha introducido en el reactor. No obstante, aún con estos procedimientos perfeccionados, pequeñas cantidades de carbamato de amonio y cantidades importantes del agente de separación permanecen en la solución con contenido en urea que sale del separador. La purificación adicional de la solución de urea tiene lugar generalmente después en varias etapas con escalas de presión de 15 a 30 atmósferas hasta la presión atmosférica.

25. El presente invento tiene por objeto proporcionar un procedimiento que no exige una serie de aparatos costosos y complicados, como son necesarios con los procedimientos empleados en los tiempos presentes para la separación en la solución de urea de aquellos compuestos que no han reaccionado.

30. Según el presente invento, se proporciona un proce



1969

374565

- dimiento para la producción continua de una solución acuosa de urea, cuyo procedimiento comprende reaccionar dióxido de carbono y amoniaco en presencia de agua en un primer reactor, para formar una solución acuosa de carbamato de amonio, convertir en un segundo reactor por lo menos parte del carbamato de amonio en la solución acuosa a urea, descomponer cualquier carbamato de amonio no reaccionado en el dióxido de carbono y amoniaco, separar, en presencia de un gas que sea inerte respecto a los reactivos iniciales o al carbamato de amonio, el dióxido de carbono y amoniaco mencionados en último lugar de la urea, hacer o permitir que la urea purificada salga como una solución acuosa y reciclar al primer reactor el gas inerte y el dióxido de carbono y amoniaco separados, saliendo dicho gas inerte del primer reactor como un efluente gaseoso y volviéndose a emplear por lo menos parte de dicho gas inerte efluente en una operación ulterior de separación.

20. El procedimiento según el presente invento puede proporcionar un rendimiento en urea mejorado respecto a los conocidos en la profesión (basado en el rendimiento de transformación por paso en la zona de síntesis de urea) reduciendo por lo menos el contenido en agua en el ciclo de la síntesis.

25. Una ventaja principal del procedimiento se debe al hecho de que solo se necesita emplear una bomba o compresor en todo el ciclo de síntesis de urea que incluye el reciclado total de los reactivos que no se han transformado, según resultará evidente por la descripción que sigue.

30.

374565



15 DIC 1959

Otra ventaja es la posibilidad de utilizar dióxido de carbono a una presión inferior a la existente en el reactor de urea, con la consiguiente reducción de la energía necesaria de compresión.

5. Cuando se pone en práctica el procedimiento según el presente invento, el efluente procedente del reactor de síntesis de urea se hace pasar en general a la cabeza de una torre de separación de donde fluye en sentido descendente en contracorriente con el gas inerte,
10. en unas condiciones de temperatura y presión apropiadas para descomponer el carbamato y separarlo, junto con el amoníaco libre, de la solución de urea. El efluente de la cola del separador es una solución de urea con un contenido en agua por lo menos igual al contenido estequiométrico. Este efluente líquido se suele concentrar después, prácticamente sin pérdida de dióxido de carbono y amoníaco. Así, se observará que todas las etapas empleadas anteriormente de la descomposición de carbamato, de la recuperación y del reciclo al reactor de urea de los
15. compuestos no convertidos, a diversas presiones, pueden ser eliminadas.
- 20.

- El efluente gaseoso procedente de la cabeza del separador está constituido por gases inertes, dióxido de carbono, amoníaco y agua (en la fase gaseosa) y se recicla al primer reactor y se mantiene a la presión del separador y a una temperatura apropiada. No obstante, antes de enviar el efluente gaseoso al reactor de carbamato, se puede condensar parcialmente con el fin de recuperar su calor. Los gases inertes que emergen en un estado prácticamente puro del reactor de carbamato pueden ser
- 25.
- 30.

5 -  
374565



enviados por medio de un ventilador impelente de reciclo al reactor de síntesis del carbamato.

5. En la modalidad descrita en la presente memoria, el efluente, en la fase líquida, procedente del reactor de carbamato, se envía al reactor de síntesis de urea por medio de una bomba. La presión en el segundo reactor (urea) es mayor en este caso que la presión en el primer reactor (carbamato), siendo esta última presión generalmente del orden de 45 a 250 atmósferas.
10. No obstante, también se puede llevar a cabo el presente invento manteniendo una presión más elevada en el reactor de síntesis de carbamato que en el reactor de formación de urea. La elección de presión en el reactor de síntesis de carbamato depende de la presión efectiva, o sea la presión parcial en el caso de que no haya una corriente gaseosa, prácticamente pura de dióxido de carbono. En el caso de que la presión en el reactor de síntesis de carbamato sea mayor que la presión en el reactor de síntesis de urea, con el fin de facilitar el reciclo de gases inertes al reactor de síntesis de carbamato, el efluente gaseoso procedente del separador se enviará, con la recuperación de calor, a un condensador parcial y después a una pequeña columna donde se lava la corriente con amoníaco. La parte del efluente en fase líquida procedente de la columna pequeña de lavado se envía por medio de una bomba al reactor de síntesis de carbamato, mientras que el efluente gaseoso consistente en gases inertes y en amoníaco se enviará por medio de un ventilador impelente al reactor de síntesis de carbamato.
- 15.
- 20.
- 25.
30. El presente invento puede emplearse en su aspecto



374565

más interesante si se emplea como gas inerte para la separación una mezcla de los gases de síntesis de amoniaco, o sea nitrógeno e hidrógeno. En este caso, el dióxido de carbono se enviará al reactor de síntesis de carbamato

- 5. junto con una mezcla para la síntesis de amoniaco. Así, el gas que sale de la zona de separación de los gases de síntesis de amoniaco se envía al reactor de carbamato inmediatamente después de la conversión a dióxido de carbono e hidrógeno de cualquier monóxido de carbono contenido
- 10. en dicho gas de síntesis, en condiciones apropiadas de presión y temperatura.

Otra posibilidad útil es la de utilizar el sangrado gaseoso de la síntesis de amoniaco como gases inertes para la separación. En este caso, se obtiene una simplificación parcial del sistema de refrigeración de la síntesis de amoniaco y se eliminan las pérdidas de amoniaco que ocurren siempre con dicha sangría gaseosa.

- 15.
- La síntesis de carbamato de amonio puede efectuarse, por ejemplo, a las temperaturas normalmente empleadas. En general la síntesis se efectúa a una temperatura del orden de 100° C a 200° C, preferiblemente del orden de 110° C a 160° C.
- 20.

La conversión de carbamato de amonio a urea se efectua generalmente a una temperatura del orden de 150° C a 300° C, preferiblemente del orden de 180° C a 250° C.

- 25.
- Para que se pueda comprender mejor el invento y para ilustrar la forma en que se puede llevar a la práctica, se hace referencia a continuación, a título de ejemplo, a los dibujos adjuntos, en los que:
- 30.

La figura 1 es una representación esquemática de una

374565



instalación para llevar a cabo el procedimiento del presente invento; y

La figura 2 es una representación esquemática de otra instalación para llevar a cabo el procedimiento del presente invento.

5. Refiriéndonos en primer lugar a la figura 1, se ilustra un reactor de síntesis de carbamato de amonio 1, en el que se introduce agua a través de la tubería 2, amoniaco a través de la tubería 3 y dióxido de carbono a través de la tubería 4. También se introduce en el reactor, a través de una tubería 5, una corriente gaseosa procedente de la cabeza de una torre de separación 6, consistente en gas inerte, amoniaco, dióxido de carbono y agua.

10. 15. La fase gaseosa sale de la cabeza del reactor 1 por la tubería 7 consiste esencialmente en el gas inerte. Este gas se recicla a la región inferior de la columna de separación 6 por medio de un ventilador 8 y una tubería 9.

20. Una fase líquida consistente en carbamato de amonio, amoniaco y agua sale de la cola del reactor 1 por una tubería 10, y se comprime por medio de una bomba 11 a través de una tubería 12 hasta un calentador 13, desde el cual se envía a la región extrema de la cola de un reactor de síntesis de urea 14. En el reactor de síntesis de urea 25. 14, se convierte en urea la mayor parte del carbamato de amonio. Los productos gaseosos procedentes de este reactor 14, o sea urea, carbamato de amonio sin convertir, amoniaco y agua, salen de la cabeza del reactor 14 por una tubería 15 y pasan a través de un aparato de expansión o válvula de regulación 16 en la región superior de la columna 30.



374565

de separación 6.

5. En el separador 6 el carbamato de amonio sin convertir se descompone de una forma virtualmente completa en amoniaco y dióxido de carbono. Estos productos de descomposición, junto con gas inerte, algo de agua y el amoniaco que penetran en la columna de separación 6 por la tubería 15, salen de la cabeza de la columna 6 por la tubería 5 y se reciclan al reactor de síntesis de carbamato 1. La descomposición en la columna 6 del carbamato de amonio sin convertir se ve ayudada por el flujo ascendente de gas inerte que penetra a través de la tubería 9. La urea separada sale de la cola de la columna 6 por una tubería 17 en forma de solución acuosa.

10. Refiriéndonos ahora a la figura 2 de los dibujos, se ilustra una instalación que en muchos aspectos se parece a la ilustrada en la figura 1. Para mayor claridad, los números similares a los representados en la figura 1 indican componentes similares. Al contrario que en la instalación de la figura 1, la presión en el reactor de síntesis de carbamato 1 es mayor que la presión en el reactor de síntesis urea 14 en la instalación de la figura 2. Por consiguiente se puede prescindir en la instalación de la figura 2 de los compresores 8 y 11 y del aparato de expansión 16 ilustrados en la figura 1.

20. Otra diferencia principal entre las dos instalaciones es que en la instalación ilustrada en la figura 2 la fase gaseosa que sale de la cabeza de la columna de separación 6 se conduce por una tubería 18 a un condensador 19 donde se condensa agua y también se encuentra carbamato en el condensado, enviándose el total por una tubería

25.

30.

374565 15 DIC. 1968



20 a una columna 21 donde cualquier dióxido de carbono no condensado es absorbido en amoniaco el cual se introduce en la columna 21 por una tubería 22 que se ramifica de la tubería 3.

5. La fase líquida procedente de la columna 21 se hace pasar a través de una tubería 23 y una bomba 24 a la región inferior del reactor 1. La fase gaseosa procedente de la columna 21, que comprende los gases inertes, amoniaco y algo de dióxido de carbono se hacen pasar a través de una tubería 25 a un ventilador de reciclo 26 y de este a la tubería 4 para unirse con el dióxido de carbono influente.

10. Se habilita un medio, en forma de una tubería 27, para que parte de los gases inertes que pasan a través de la tubería 7 sean expulsados de la instalación.

15. El presente invento se ilustra a continuación mediante los ejemplos que siguen, donde las velocidades de flujo están basadas en un mol de urea producida.

#### EJEMPLO 1

20. La producción de urea se llevó a cabo en este ejemplo en una instalación del tipo ilustrado en la figura 1.

- Se introdujo un mol de  $\text{CO}_2$  a través de la tubería 4 a una presión de 80 atmósferas absolutas en el reactor de carbamato 1, donde fué absorbido por un flujo en contracorriente de 2 moles de  $\text{NH}_3$  que penetró a través de la tubería 3 y de 0,2 moles de  $\text{H}_2\text{O}$  que se introdujo a través de la tubería 2. Asimismo se introdujo en el reactor 1 la corriente de separación procedente del separador 6 y consistente en 3,3 moles de gases inertes, 3,71 moles de  $\text{NH}_3$ , 0,831 moles de  $\text{CO}_2$  y 0,635 moles de agua. Del reac-



- tor 1 fluyó una fase líquida y una fase gaseosa. La fase líquida fluyó a una temperatura de  $130^{\circ}\text{C}$  y consistía en 1,831 moles de carbamato de amonio, 2,048 moles de  $\text{NH}_3$  y 1,835 moles de agua. Se comprimió a una presión de
5. 153 atmósferas absolutas, se calentó a una temperatura de  $210^{\circ}\text{C}$  y después se alimentó en el reactor de urea 14. La fase gaseosa procedente del reactor 1 consistía esencialmente en 3,3 moles de gases inertes que salían del separador y que se reciclaban al mismo por medio del compresor 8. En el reactor de síntesis de urea el carbamato que salía del reactor de carbamato 1 por la tubería
10. 10, bomba 11 y calentador 13, se transformaba parcialmente en urea; el efluente procedente del reactor de urea 14 consistía en un mol de urea, 0,831 moles de carbamato de amonio, 1,835 moles de agua y 2,048 moles de  $\text{NH}_3$  y se envió a través de la tubería 15 a la columna de separación
15. 6, donde los 0,831 moles de carbamato que no se había transformado en urea se descompusieron en  $\text{NH}_3$  gaseoso y  $\text{CO}_2$ . Los 2,048 moles de amoniaco libre pasaron también a
20. la fase gaseosa. La descomposición de carbamato de amonio se ve favorecida por una reducción de las presiones parciales del  $\text{CO}_2$  y  $\text{NH}_3$ .

- Esta reducción se obtuvo expansionando la mezcla de forma que su presión cayera a 80 atmósferas absolutas e introduciendo en la cola del separador los gases inertes consistentes en la fase gaseosa que salía del reactor de carbamato 1 al que se había añadido más gas inerte con el fin de compensar cualquier pérdida. Del separador 6 salió una fase líquida a través de la tubería 17, que consistía en un mol de urea y 1,2 moles de agua, y a través
- 25.
- 30.

374565 15



- de la tubería 5 una fase gaseosa consistente en 6,5 moles de los gases inertes de separación, arrastrando 0,831 moles de  $\text{CO}_2$  y 3,71 moles de  $\text{NH}_3$ . Esta corriente se envió al reactor de carbamato 1 donde se volvieron a reaccionar el  $\text{CO}_2$  y  $\text{NH}_3$  según se ha descrito anteriormente.
- 5.

#### EJEMPLO 2

- Se llevó a cabo el procedimiento descrito en este ejemplo en una instalación similar a la descrita con relación a la figura 2. En este caso, la presión en el reactor de carbamato era mayor que la presión en el reactor de urea. La corriente gaseosa en la tubería 4 consistía en un mol de dióxido de carbono y de gases inertes, en este caso hidrógeno y nitrógeno; se mezcló con el gas reciclado y la mezcla resultante consistente en gases inertes, dióxido de carbono y amoníaco, se envió a la cola del reactor de síntesis de carbamato 1 mantenida a una presión de 150 atmósferas absolutas. El reactor de carbamato se alimentó también con agua a través de la tubería 2 en una cantidad de 0,2 moles y con amoníaco a través de la tubería 3 en una cantidad igual a 2 moles. De la cola del reactor 1 salió una solución de carbamato, la cual penetró en el calentador 13 por la tubería 10 y, después de calentarse a  $210^\circ\text{C}$ , pasó al reactor de síntesis de urea sin emplear bomba alguna.
- 10.
- 15.
- 20.
25. El reactor de síntesis de urea 14 se mantuvo a una presión de 151 atmósferas absolutas. De este reactor salió a través de la tubería 15, una solución que contenía un mol de urea, 0,831 moles de carbamato, 2,048 moles de amoníaco libre y 1,835 moles agua; esta solución se hizo pasar al separador 6 donde el carbamato (0,831 moles) que
- 30.



no se había transformado en urea se dividió en  $\text{NH}_3$  y  $\text{CO}_2$ , y se transformó a la fase gaseosa que salía por la tubería 18, acompañada de los 2,048 moles de amoniaco libre.

5. La descomposición del carbamato se vió favorecida por una reducción de las presiones parciales de  $\text{CO}_2$  y  $\text{NH}_3$ . Esta reducción se obtuvo introduciendo en la cola del separador 6 la corriente de gas inerte, consistente en  $\text{H}_2$  y  $\text{N}_2$ , en una cantidad de 6,5 moles. De la cabeza del separador 6 salió una corriente gaseosa consistente en 6,5 moles de los gases inertes  $\text{H}_2$  y  $\text{N}_2$ , 3,71 moles de amoniaco, 0,831 moles de  $\text{CO}_2$  y 0,635 moles de  $\text{H}_2\text{O}$ . De la cola del separador 6 salió una solución a través de la tubería 17 consistente en 1 mol de urea y 1,2 moles de  $\text{H}_2\text{O}$ .

10. La corriente gaseosa en la tubería 18 penetró en el condensador 19 donde se condensó una gran parte del carbamato y del agua. El dióxido de carbono que no se había condensado fué absorbido en amoniaco en la columna 21. El efluente en la fase líquida procedente de la columna 21 se envió por medio de la bomba 24 al reactor de carbamato 1.

15. Los gases que salían de la columna 21 consistían en nitrógeno, hidrógeno y amoniaco y se hicieron pasar al compresor de reciclo 26 donde se comprimieron y enviaron para reunirse con la corriente de los gases que penetran en el reactor 1 a través de la tubería 4, según se ha descrito anteriormente.

20. La corriente gaseosa que salía de la cabeza del reactor 1 por la tubería 7 consistía en nitrógeno e hidró

374565

- 13 -

115 DIC



geno y se envió al separador 6; parte de este chorro gaseoso se liberó o expulsó a través de la tubería 27 para equilibrar el gas inerte que penetraba por la tubería 4.

5.

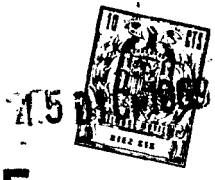
- NOTA -

- Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una Solicitud de Patente, presentada en Italia, con fecha 16 de diciembre de 1968, bajo el número 25131 A/68, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION CONTINUA DE UNA SOLUCION ACUOSA DE UREA; caracterizándose por lo siguiente:
10. 1ª.- Procedimiento para la producción continua de una solución acuosa de urea, caracterizado porque comprende hacer reaccionar dióxido de carbono y amoníaco en presencia de agua en un primer reactor, para formar una solución acuosa de carbamato de amonio; convertir en un segundo reactor por lo menos parte del carbamato de amonio en la solución acuosa a urea; descomponer cualquier carbamato de amonio no convertido en dióxido de carbono y amoníaco; separar de la urea, en presencia de un gas que sea inerte a los reactivos iniciales o al carbamato de amonio, el dióxido de carbono y amoníaco mencionados en
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

- 14 374565



- último lugar; hacer o permitir que la urea purificada salga como una solución acuosa, y reciclar al primer reactor el gas inerte y el dióxido de carbono y amoníaco separados, saliendo dicho gas inerte del primer reactor como un efluente gaseoso y volviéndose a emplear por lo menos parte de dicho gas inerte efluente en una operación de separación ulterior.
5. 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la síntesis del carbamato de amonio se efectúa a una presión de 45 a 250 atmósferas.
10. 3ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 o 2, caracterizado porque la síntesis del carbamato de amonio se efectúa a una temperatura del orden de 100 a 200 °C.
15. 4ª.- Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado porque la síntesis del carbamato de amonio se efectúa a una temperatura del orden de 110 a 160 °C.
20. 5ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la conversión del carbamato de amonio a la urea se efectúa a una temperatura del orden de 150 a 300 °C.
25. 6ª.- Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado porque la conversión de carbamato de amonio a urea se efectúa a una temperatura del orden de 180 a 250 °C.
30. 7ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque dicho gas inerte es hidrógeno, nitrógeno o una mezcla de los mismos.
- 8ª.- Procedimiento según la reivindicación 7, ca



374565

racterizado porque el amoniaco usado como reactivo en la síntesis de carbamato de amonio se produce por reacción del hidrógeno y nitrógeno en dichos gases inertes.

5. 9ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el gas inerte y el dióxido de carbono y amoniaco separados se reciclan al primer reactor por bombeo.
10. 10ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la urea y el carbamato no convertido fluyen en sentido descendente en una columna de separación en contracorriente con dicho gas inerte.
15. 11ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque los gases inertes y el dióxido de carbono y amoniaco separados se condensan parcialmente antes de ser devueltos al primer reactor.
20. 12ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la presión en el primer reactor es mayor que en el segundo reactor.
25. 13ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, caracterizado porque la presión en el segundo reactor es mayor que en el primer reactor.
30. 14ª.- Procedimiento según la reivindicación 13, caracterizado porque la solución acuosa de carbamato de amonio se bombea en el segundo reactor y el efluente del segundo reactor se deja expansionar antes de ser separado.
- 15ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el gas

374565



inerte se suministra también desde una fuente externa al primer reactor.

- 5. 16ª.- Procedimiento para la producción continua de una solución acuosa de urea, tal y como queda sustanciálmente descrito en la presente Memoria e ilustrado en los adjuntos dibujos.

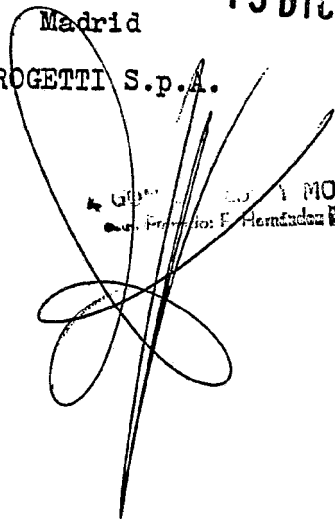
Esta Memoria consta de 16 hojas escritas a máquina por una sola cara.

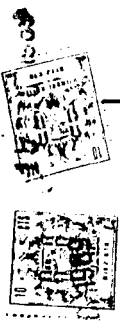
15 DIC. 1969

Madrid

10.

SNAM PROGETTI S.p.A.


  
 G. MODER
   
 ...



374565

374565

374565

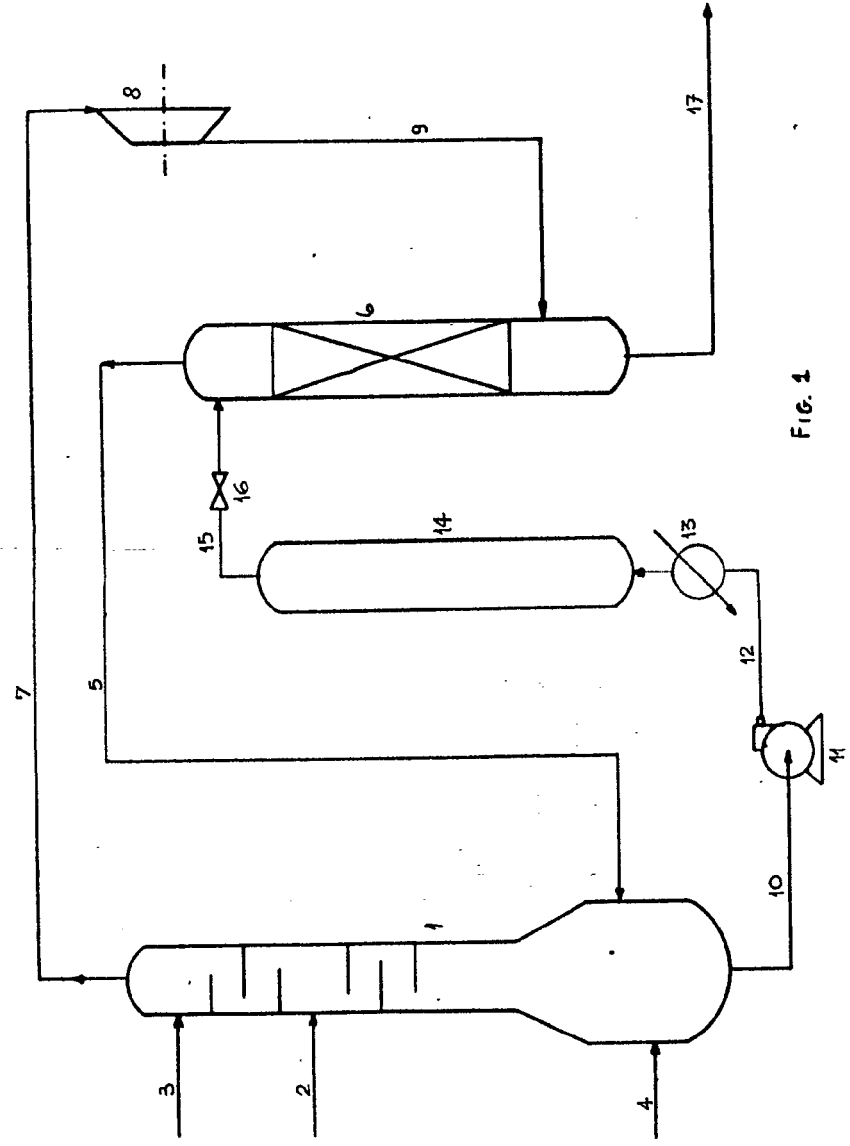
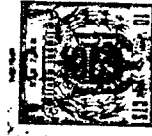


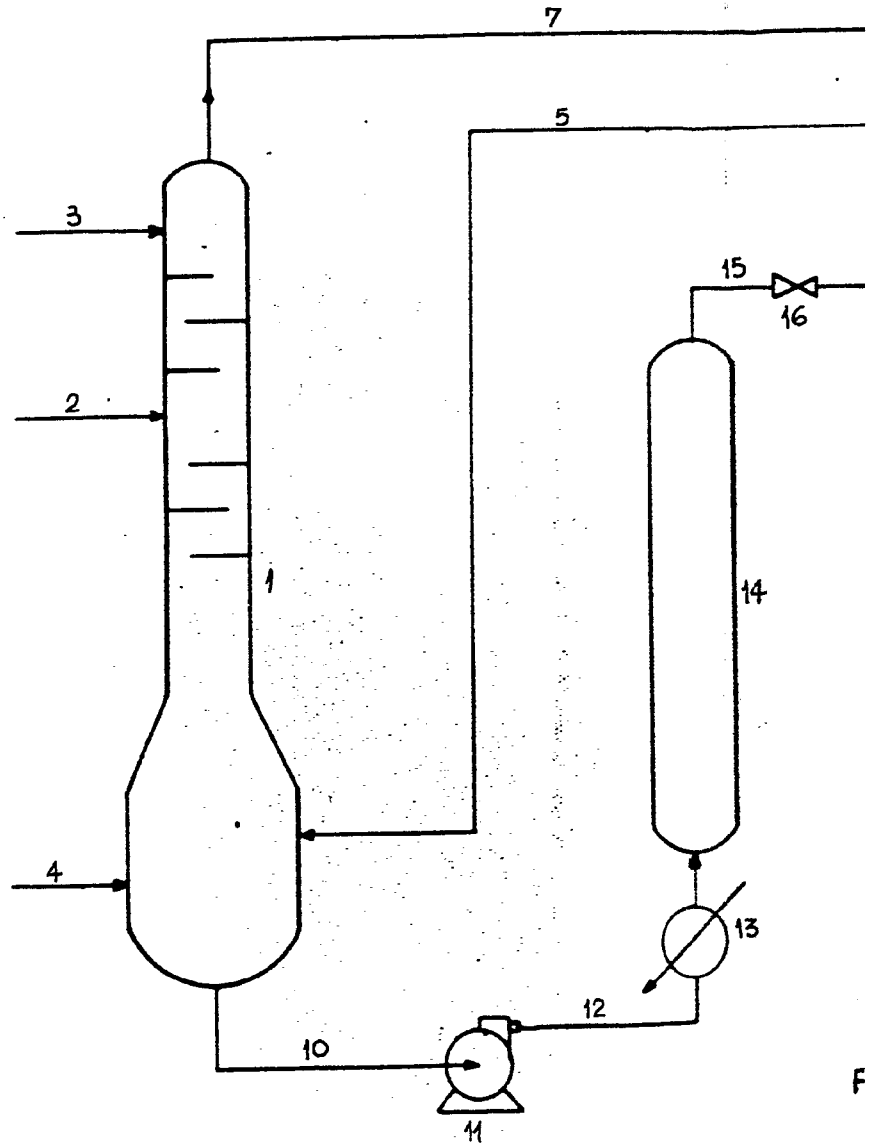
FIG. 1

Handwritten notes and signatures in the bottom right corner, including the name 'SIAIAM' and a signature.

SNAM PROGETTI S.p.A.



374565



F



374565

ESCALA  
VARIABLE

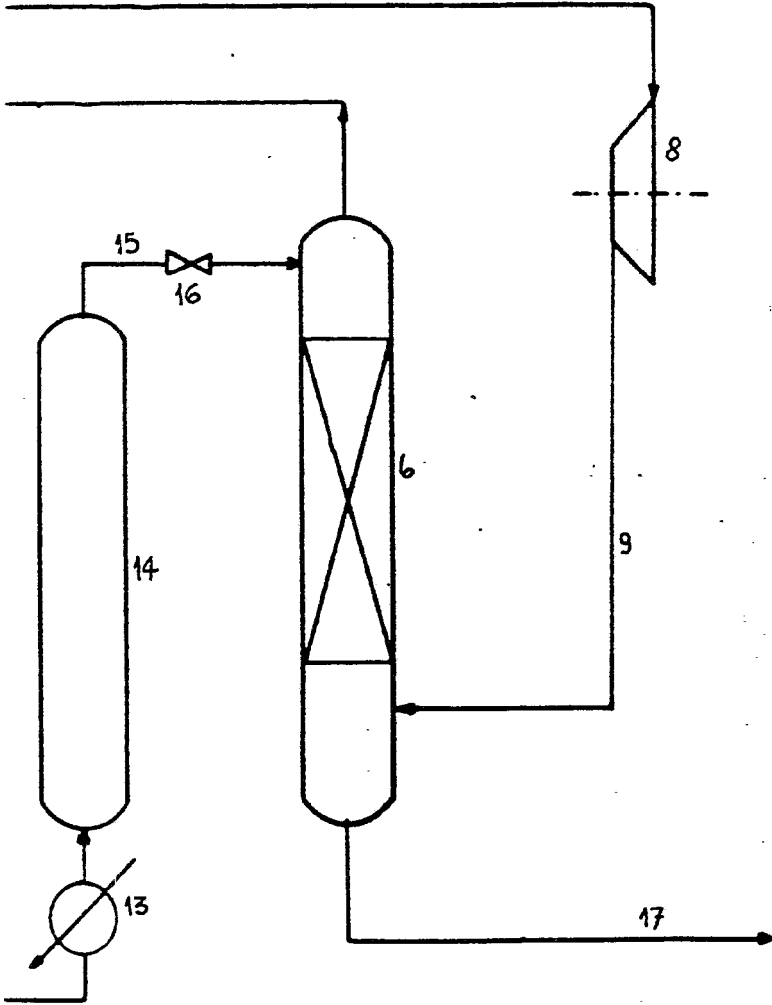


FIG. 1

*[Handwritten signature]*  
MEXICO  
D.F.

374503

150

374565

ESCOMA  
VAN. 111

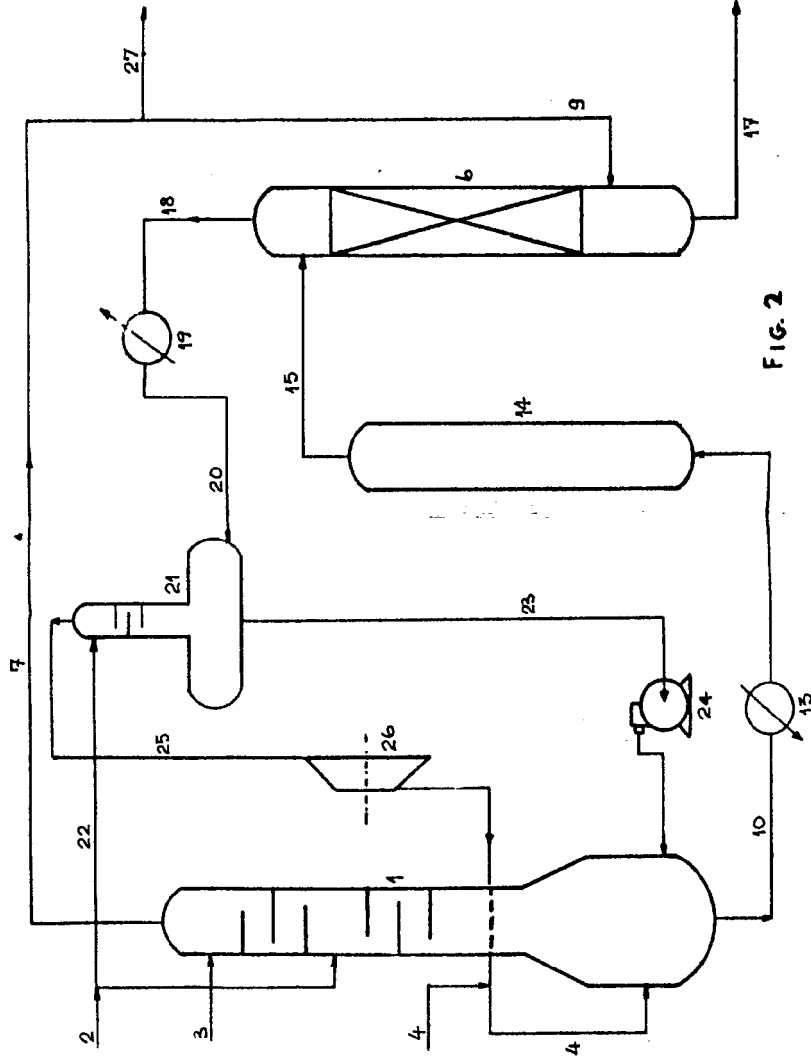
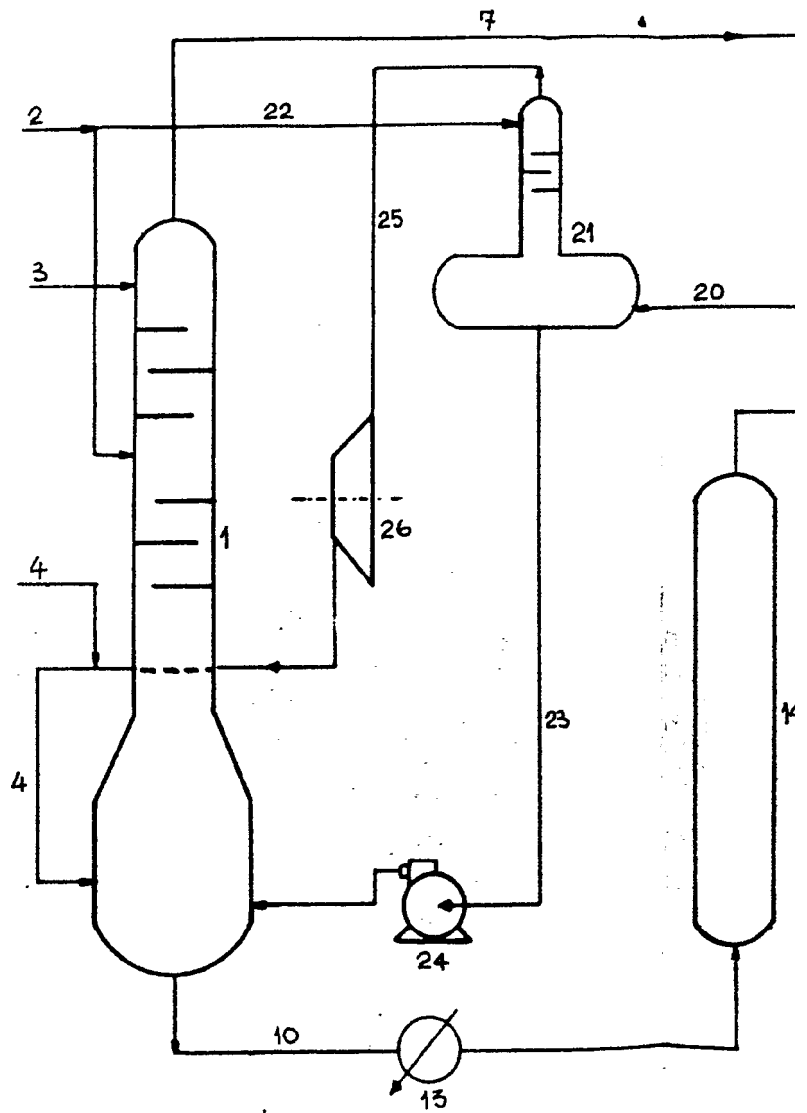


FIG. 2

Madrid 15/11/63  
A. GONZALEZ  
P. de F. I. n. o. 17

SNAM PROGETTI S.p.A.

374505





150

374565

ESCALA  
VARIABLE

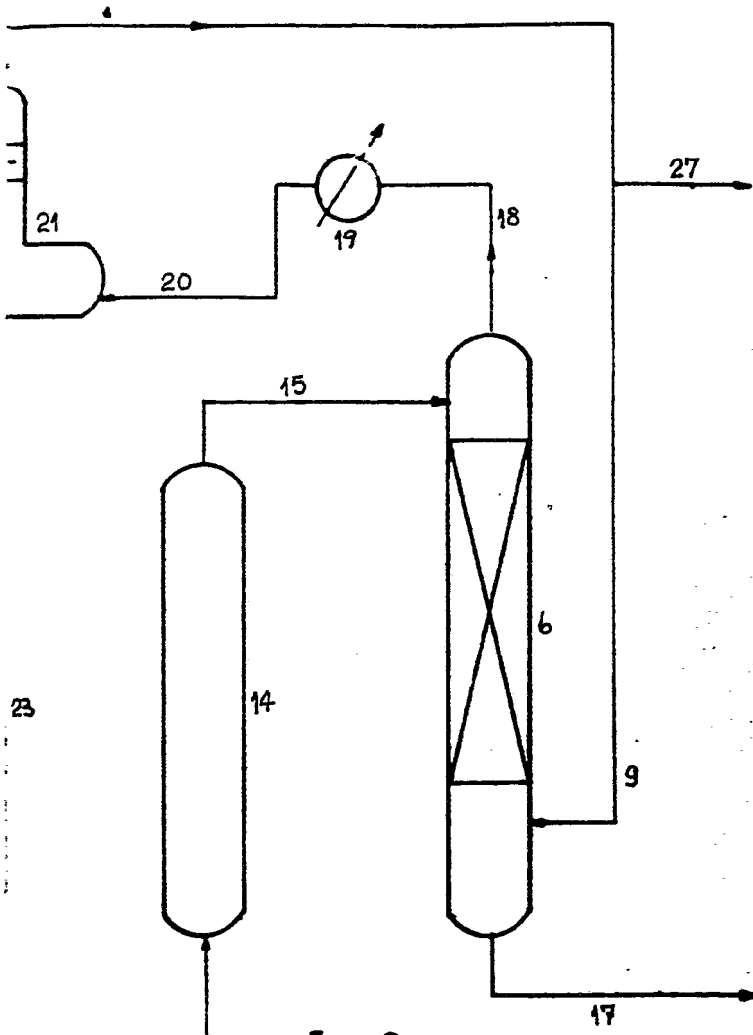


FIG. 2

Madrid 150-0-150  
GOMEZ  
P. P. FERRAS