

378592



PATENTE DE INVENCION

378592

Clase C 07 b

CLASSIFICACION CLASE C.07 SUBCLASE C
--

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

sobre:

"PROCEDIMIENTO PARA LA PURIFICACION DE UNA SOLUCION DE UREA DE LOS COMPONENTES NO TRANSFORMADOS EN UREA, CONTENIDOS EN LOS PRODUCTOS QUE SALEN DEL REACTOR DE SINTESIS, Y PARA LA RECUPERACION DE DICHOS COMPONENTES NO TRANSFORMADOS"

=====

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

Prioridad: Solicitud de Patente N° 15072 A/69,
 depositada en Italia en 4 de Abril de 1969.



La presente invención se refiere a un procedimiento para la purificación de la solución de urea de compuestos residuales de la síntesis, por medio de intercambiadores de calor de película que substituyen los aparatos de destilación convencionales en todas las etapas de la destilación utilizada para la recuperación de los productos que no hayan reaccionado.

Es sabido que la urea se obtiene en la industria mediante síntesis de anhídrido carbónico y amoníaco, y que se vienen realizando varios procedimientos que difieren entre sí en las diferentes formas de actuar, tanto en la zona de síntesis como en la zona de separación de la urea y de los productos que salen del reactor, tales como el carbamato, el amoníaco, el carbonato, etc. Los productos mencionados deben ser reciclados al reactor para obtener una transformación total de los reactantes introducidos en el sistema y para conseguir, como producto final, una solución acuosa de urea substancialmente pura.

Es también sabido que la separación de la urea de los productos que salen del reactor se efectúa normalmente en varias etapas en las que se opera con diferentes presiones. En las primeras etapas se trabaja con presiones del orden de 15 hasta 40 kg/cm², mientras que en las etapas finales se trabaja con presiones mucho más bajas, próximas a la presión atmosférica. En efecto, únicamente al trabajar a presiones muy bajas el porcentaje de amoníaco residual y de anhídrido carbónico en la solución de urea puede ser reducido a valores despreciables, y ello se debe a que la destilación de los



compuestos residuales de la solución de urea no puede realizarse a temperaturas demasiado altas, ya que ello llevaría consigo el riesgo de la descomposición de la urea con la consiguiente formación de subproductos no deseados, tales
5 como biuret, triuret, etc.

Los vapores que contienen amoníaco y anhídrido carbónico, obtenidos en las etapas de destilación deben recuperarse, generalmente, para obtener la transformación completa de los reactantes en urea (procedimiento con un reciclado total).
10 Generalmente, las etapas de destilación se realizan en los procedimientos conocidos, ya sea mediante torres de destilación o bien mediante termocambidores tubulares seguidos de separadores para la eliminación de la fase gaseosa.

El uso de torres de destilación resulta más apropiado
15 desde el punto de vista del procedimiento, debido a que produce la mayor separación de los componentes más volátiles (NH_3 y CO_2) y permite el control de la destilación de componentes menos volátiles (H_2O) que se desea sean los más bajos. Efectivamente, es necesario que las mezclas gaseosas obtenidas
20 en estas etapas de destilación tengan un elevado contenido de agua únicamente en las etapas de baja presión, donde la presencia del agua es indispensable para la total condensación de dichas mezclas, sin necesidad de adicionar agua de tratamiento.

25 Es sabido que la introducción de agua de tratamiento resulta extremadamente desventajosa debido a que aumenta considerablemente los costes relativos a la energía requerida.

378592



El uso de torres de destilación resulta extremadamente caro y presenta, además, inconvenientes de tipo operativo, puesto que su funcionamiento resulta crítico debido a la formación de fases sólidas (carbamato, carbonato, etc.).

5 Los procedimientos que utilizan el sistema arriba mencionado presentan, por consiguiente, elevados costes de inversión y resultan difíciles desde el punto de vista funcional.

La realización de las etapas de destilación mediante el uso de termocambiadores tubulares seguidos de separadores,
10 elimina los inconvenientes arriba mencionados pero resulta poco satisfactoria desde el punto de vista del procedimiento. Ello es debido a que la fase gaseosa, formada en el mismo aparato de destilación, fluye en el mismo sentido que la fase líquida y conjuntamente con ésta a través de todo el inter-
15 cambiador de calor hasta que se efectúe la separación de la fase gaseosa en un separador apropiado, por lo que el equilibrio final obtenido resulta claramente negativo con respecto al obtenido mediante el uso de una torre de destilación.

Por consiguiente, se obtendrá una destilación mucho menos
20 eficaz de los componentes más volátiles, y una mayor destilación, controlada con dificultad, de los componentes menos volátiles (H_2O).

Ello se debe a que no hay efecto de contracorriente entre el líquido descendente y los gases ascendentes desde el
25 fondo, como se produce en las torres de destilación.

De todo lo expuesto más arriba se deduce que únicamente en las etapas de baja presión es posible efectuar una separa-

378592



ción casi completa de los componentes más volátiles, así como que las mezclas gaseosas obtenidas no pueden contener, siquiera, la cantidad suficiente de agua requerida para la condensación total de las mismas, debido a que la solución de urea se
5 ha quedado considerablemente empobrecida de agua en las etapas de destilación precedentes de presión alta y media.

Una primera finalidad de la presente invención consiste en la purificación de la solución de urea, procedente de la zona de síntesis, de los productos que no hayan reaccionado
10 en dicha zona de síntesis.

Otra finalidad de la presente invención consiste en la recuperación de los productos que no hayan reaccionado, contenidos en la solución de urea a la salida de la misma del reactor de síntesis. De acuerdo con la presente invención, se
15 puede efectuar esta recuperación, evitando los inconvenientes de los sistemas arriba mencionados y aprovechando, por el contrario, las ventajas que éstos presenten, mediante aparatos de destilación constituidos por intercambiadores de calor de película en todas las etapas de destilación. Bajo intercambiador de calor de película deberá entenderse un intercambia-
20 dor de cualquier forma, incluyendo el tipo provisto de tubos, en el cual el líquido que deba ser tratado es distribuido en forma de película descendente, desde la parte superior del intercambiador, por una superficie de calentamiento que suministre el calor necesario.
25

Los medios de calentamiento pueden ser vapor o cualquier otro medio. Las etapas de destilación mencionadas, realizadas

378592



mediante intercambiadores de calor de película, pueden operar sin necesidad de introducir un líquido de extracción debido al efecto de autoextracción; pero, si se desea, es posible introducir un líquido de extracción desde el fondo del intercambiador.

En este segundo caso, dicho líquido puede estar constituido por uno o más componentes. La corriente de gases inertes de la instalación, que se suele dejar salir a la atmósfera a diferentes presiones, puede servir para este fin de forma apropiada y de acuerdo con los procedimientos utilizados.

La aplicación de estos aparatos de destilación del tipo de película, resuelve, de forma simple y económica, los problemas que se presentan al utilizar torres de destilación o evaporadores de tipo tubular mencionado más arriba. Mediante este aparato separador de película se obtienen los siguientes resultados:

- 1) Una separación inmediata de una parte importante de la fase gaseosa rica en componentes volátiles en el separador de cabeza del mismo intercambiador.
- Esta separación es una consecuencia del fenómeno de "flash" que se produce al pasar la solución de urea de la presión más alta de la etapa precedente a una presión más baja.
- 2) Un efecto de autoextracción, puesto que la película de líquido que, descendiendo desde la parte superior del intercambiador, se encuentra con la corriente gaseosa que asciende por el mismo, resulta cada vez más pobre en

378592



componentes ligeros.


En el punto final del intercambiador predomina, por consiguiente, el componente menos volátil en la fase gaseosa, limitando este hecho la destilación de dicho
5 componente de la fase líquida.

La invención se describe a continuación más detalladamente a base de los dos ejemplos siguientes:

Ejemplo I

De una etapa de destilación, en la que se operó a 16 atm.
10 y 153°C, sin introducción de agente de extracción externo alguno, se obtuvieron los datos experimentales que se indican en la tabla I, en la que se comparan con los datos obtenidos con los destiladores tubulares normales.

De estos datos resultó que el NH_3 y el CO_2 residuales,
15 contenidos en la solución de urea, obtenidos mediante empleo de un aparato destilador del tipo de película, aparecían en cantidades mucho menores que las obtenidas normalmente mediante termocambidores tubulares, operando bajo las mismas condiciones de temperatura y presión, mientras que el contenido
20 residual de agua era mayor. Además, resultó que estos valores eran absolutamente comparables con los valores obtenidos mediante torres de destilación.



378592



TABLA I

	Composición en el fondo de la torre de destilación.	Composición en el fondo de un destilador de película.	Composición en el separador de un destilador tubular.
	% de peso	% de peso	% de peso
5	NH ₃ 6,2	6	8,5
	CO ₂ 1,3	1,1	2,2
	H ₂ O 27,5	27,9	22,3
	Urea 65,0	65,0	67,0

Más exactamente se observaron las siguientes variaciones
10 en los porcentajes de peso de los compuestos procedentes del destilador de película con respecto a los valores de los componentes procedentes de los termocambiadores tubulares utilizados normalmente.

	Contenido de NH ₃ reducido en	29%
15	" " CO ₂ " "	50%
	" " H ₂ O aumentado en	20%

Ejemplo II

De una etapa de destilación, en la que se operó a 4 atm. y 132°C, sin introducción de agente de extracción externo
20 alguno, se obtuvieron los datos experimentales que se indican en la tabla II, en la que se comparan con los datos obtenidos con los destiladores tubulares normales. También en este caso resultó que dichos valores eran absolutamente comparables con los valores obtenidos mediante torres de destilación.

378592



TABLA II

	Composición en el fondo de la torre de destilación.	Composición en el fondo de un destilador de película.	Composición en el separador de un destilador tubular.
	% de peso	% de peso	% de peso
5	NH ₃ 2,4	2,5	3,5
	CO ₂ 0,5	0,7	1,5
	H ₂ O 27,2	26,8	22,0
	Urea 69,9	70,0	73,0

Más exactamente se observaron las siguientes variaciones en los porcentajes de peso de los componentes de las soluciones procedentes del destilador de película con respecto a los valores de los componentes procedentes de los termocambidores tubulares utilizados normalmente.

	Contenido de NH ₃	reducido en	28,5 %
15	" " CO ₂	" "	53,5 %
	" " H ₂ O	aumentado en	18 %

378592



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 15072 A/69, depositada en Italia en 4 de Abril de 1969, 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 purificación de una solución de urea de los componentes no transformados en urea, contenidos en los productos que salen del reactor de síntesis, y para la recuperación de dichos componentes no transformados, comprendiendo etapas de destilación en las que se opera con diferentes presiones y temperaturas, caracterizado porque para dichas etapas de destilación se emplean intercambiadores de calor del tipo de película.

2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque los márgenes de temperatura y de presión empleados en los destiladores de película están comprendidos entre 50°C y 250°C y entre 0,1 y 250 atmósferas, respectivamente.

3ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1ª y 2ª, caracterizado porque en dichas etapas de destilación se introduce un agente de extracción que contiene gases inertes procedentes, preferentemente, de la corriente de gases inertes que



se obtiene en la propia instalación de urea, antes de que dicha corriente se deje salir a la atmósfera.

4ª.- PROCEDIMIENTO PARA LA PURIFICACION DE UNA SOLUCION DE UREA DE LOS COMPONENTES NO TRANSFORMADOS EN UREA, CONTENIDOS EN LOS PRODUCTOS QUE SALEN DEL REACTOR DE SINTESIS, Y PARA LA RECUPERACION DE DICHS COMPONENTES NO TRANSFORMADOS, tal y como queda descrito y reivindicado en la presente memoria que consta de once hojas mecanografiadas por una sola cara.

BARCELONA, 3 de Abril de 1970.

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

J. GOMEZ-ACEBQ Y MODET

D. D. Firmado: W. Ströbel Signat

378592