



429.335

BOLD, COFC

MEMORIA DESCRIPTIVA

=====

Correspondiente a la solicitud de registro de una Patente de Inven-
ción que, por veinte años se solicita para España, a favor de la
firma MITSUI TOATSU CHEMICALS, INCORPORATED, de nacionalidad jurídi-
ca japonesa, domiciliada en Tokio (Japón), 2-5, Kasumigaseki 3-chomé
Chiyoda-Ku - - - - -

p o r

"PROCEDIMIENTO PARA SEPARAR GOTAS LIQUIDAS DE UNA CORRIENTE DE GAS"

=====

El presente invento se relaciona con un procedimiento mejorado
para separar gotas de líquido fundido, por ejemplo, urea, contenido
en una corriente de gas, descargada desde un procedimiento, en que
un gas efluente de síntesis de melamina, conteniendo melamina obte-
nida de la descomposición térmica de urea o de productos de descom-
posición térmica de urea, se refrigera para separar melamina por
5 cristalización, y el resultante gas efluente, teniendo melamina sepa-
rada, se pone en contacto íntimamente con una masa fundida, por ejem-
plo, de urea o de una mezcla de urea y productos de descomposición
10 de la misma para recuperar la urea y semejantes no reaccionados.



Es bien conocido en la técnica, que melamina es producida calentando urea o sus productos de descomposición térmica con amoniacó, en presencia de un catalizador. También es conocido un método para separar melamina, urea y productos de urea de descomposición

5 térmica no reaccionados desde el gas efluente de síntesis, conteniendo melamina según se describe en la publicación de patente japonesa nº 21.343/1966. Este método comprende las etapas de mezclar el gas efluente de síntesis de melamina obtenido calentando catalíticamente urea y semejantes con un gas inerte, refrigerando por ello la

10 mezcla a una temperatura, a la que no ocurre condensación de urea sin reaccionar, para cristalizar selectivamente melamina, de modo que se separe solamente melamina, desde el gas, poniendo íntimamente en contacto el gas efluente después de la separación y conteniendo todavía dióxido de carbono, amoniacó, vapor de melamina y vapor

15 de agua con urea fundida o mezcla fundida de urea y sus productos de descomposición térmica mantenidos a una temperatura por encima del punto de fusión de urea para recuperar la urea sin reaccionar y vapor de melamina contenido en el gas, disolviendo o mezclándoles en dicha masa fundida y haciendo circular de nuevo por lo menos una

20 porción de la corriente de gas desde la etapa de recuperación, como dicho gas inerte, para recristalización y separación de melamina.

En el método arriba descrito, sin embargo, gotas líquidas, compuestas de urea fundida o de una mezcla fundida de urea y sus productos de descomposición térmica, que se ha usado para lavar, tienen a estar contenidas en el gas de desperdicio desde la etapa de

25 puesta en contacto. Puesto que este gas de desperdicio es mezclado con el gas efluente de síntesis de melamina para refrigerar el mismo, las antes mencionadas gotas líquidas son incorporadas en la melamina cristalizada resultante causando deterioración de su calidad.

30 Por lo tanto, es necesario eliminar dichas gotas líquidas antes de



mezclar el gas de desperdicio con el gas de síntesis de melamina.

5 Las gotas líquidas separadas, sin embargo, se adhieren a la pared interna del separador usado y se solidifican sobre la misma, cuando el gas conteniendo gotas líquidas se hace pasar a un separa-
dor de líquido-vapor para eliminar del mismo las gotas de líquido. Este método tiene un inconveniente en la masa así adherida, que au-
10 menta de cantidad con el transcurso del tiempo, dando por resulta- do considerable reducción de la eficacia de la separación de líqui- do-vapor y dificultades en el funcionamiento continuo durante un periodo de tiempo extenso. Para eliminar este inconveniente, se ha propuesto en la patente francesa nº 1.560.175 usar un separador empaquetado con anillos de Raschig y el inundar el separador de tiempo en tiempo con urea fundida para evitar la formación de la incrustación sólida. Este método, sin embargo, tiene el inconve-
15 niente de que requiere una pluralidad de separadores de líquido-vapor, que deben emplearse una vez cada uno, de modo que la insta lación no puede ser hecha funcionar continuamente, haciendo así la operación considerablemente más complicada.

20 Por lo tanto, es un objeto del presente invento el procurar un procedimiento para separar gotas de urea líquidas de un gas re- sidual desde una etapa lavadora siguiente a la síntesis de mela- mina, que asegura un funcionamiento continuo durante un periodo de tiempo extenso y también facilita la operación.

25 Todavía otro objeto y todo el alcance de la aplicabilidad del presente invento resultarán evidentes de la descripción detallada dada a continuación; deberá entenderse, sin embargo, que la des- cripción detallada y el ejemplo específico, aún indicando ejecu- ciones preferidas del invento, se dan a título de ilustración solamen- te, ya que resultarán evidentes para los expertos en la técnica
30 varios cambios y modificaciones dentro de la idea y del alcance



del invento a partir de esta descripción detallada. Se ha encontrado, que los objetos arriba indicados pueden alcanzarse poniendo en práctica el presente invento.

5 De acuerdo con el presente invento, se ha previsto un método para separar gotas líquidas, seleccionadas del grupo consistente en urea, y productos de descomposición térmica y sus mezclas con melamina residual, contenida en el gas de desperdicio de un procedimiento de recuperación de melamina, en que un gas efluente de síntesis de melamina, obtenido por descomposición térmica de urea o de sus productos de descomposición térmica se refrigera para separar del mismo melamina por cristalización y el restante gas, del que se ha separado melamina, se pone íntimamente en contacto con urea fundida o con una mezcla fundida (la mezcla fundida puede con- tener melamina sólida y/o productos de descomposición térmica de urea) de urea y sus productos de descomposición térmica para lavar y recuperar urea no reaccionada, productos de urea de descomposición térmica sin reaccionar y melamina residual contenida en el gas, comprendiendo aquella mejora el hacer colisionar el gas de desperdicio resultante, conteniendo dichas gotas líquidas, contra una superficie separadora, y procurando dicha superficie provista de una película, que fluye descendientemente de un líquido seleccionado del grupo consistente en urea fundida, una mezcla fundida de urea y los productos de urea de descomposición térmica y sus mezclas fundidas con melamina. Esto se realiza empleando un separador del tipo, en que gotas líquidas son separadas usando fuerza centrífuga y/o colisión contra una superficie colectora por ejemplo, la pared interna del separador.

20 Separadores del tipo arriba descrito, útiles en el presente invento para recoger gotas líquidas por su colisión contra una superficie, por ejemplo, la pared interna, del separador y/o por efecto centrífugo, incluyen separadores de ciclón, separadores de inci



dencia, del tipo de mamparo, separadores laminares, comprendiendo una pluralidad de superficies, que producen corriente de remolino en el plano de colisión.

5 Adecuados separadores de ciclón y de incidencia están descritos en la obra Chemical Engineers' Handbook, John H. Perry, Ph. D., editor, McGraw-Hill Book Company, Inc., 1950 y un adecuado separador laminar es aquel fabricado por Klöckner-Humbolt-Deutz AG de Alemania y descrito en la patente alemana nº 1.542.267.

10 Para la formación de la película líquida, que fluye descendente a lo largo de la superficie colectora, es decir, la superficie interna del separador, puede emplearse cualquier método apropiado, tal como el soplado del líquido fundido sobre la superficie colectora, es decir la pared interna del separador, o un método, en que el líquido fundido se deja caer a lo largo de la superficie colectora, debido a la diferencia de peso del líquido.

15 Líquidos utilizables para la formación de la película de líquido, fluyente a lo largo de la superficie colectora del separador, pueden ser una porción de la urea fundida de partida, de la mezcla fundida de partida de urea y de sus productos de descomposición térmica o de un líquido fundido, que es el mismo utilizado para lavar el gas efluente de síntesis, que contiene melamina. El líquido fundido, que ha fluido bajando a lo largo de la superficie colectora del separador, puede recogerse y volverse a usar para formar la película líquida o también puede ser usado como material de partida o para lavar el gas efluente de síntesis. En el líquido fundido para formación de la película, que fluye descendente, se puede tener añadido al mismo, para bajar su punto de fusión, un compuesto soluble en el líquido, tal como sales amónicas de ácido nítrico, ácido rodánico, ácido fórmico y ácido acético o sales de guanidina con un ácido, por ejemplo, ácido ní

20

25

30



trico, ácido acético, ácido fórmico y ácido rodánico. Dicho compuesto puede ser usado en una cantidad desde 10 a 90% de peso de dicho líquido fundido conteniendo dicho compuesto.

5 De acuerdo con el presente invento ahora es posible evitar la situación, en que un material sólido se adhiere sobre la superficie interna del separador dando por ello resultado una reducción de su eficacia de separación y, por lo tanto, el rebajar la calidad de la melamina, así como abreviando el periodo de trabajo para hacer funcionar continuamente la instalación. Así, ha resultado ser
10 posible un funcionamiento continuo a través de un periodo de tiempo prolongado.

El presente invento será descrito con mayor detalle haciendo referencia al siguiente ejemplo específico, en que partes y tantos por ciento son de peso, a no ser que se especifique de otro modo.

15 Ejemplo

Un gas efluente de síntesis de melamina, mantenido a 300°C y fluyendo a un régimen de flujo de 40 kg/hr fue mezclado con un gas de desperdicio, compuesto de 50% de amoníaco y 50% de dióxido de carbono y mantenido a 140°C, cuyo gas de desperdicio fue derivado de una etapa de contacto del mismo con urea fundida, y la mezcla resultante fue enfriada a 20°C para cristalización para separar cristales de melamina. El gas de desperdicio, así obtenido, fue puesto en contacto íntimamente con una mezcla fundida conteniendo urea, biuret, ácido cianúrico y semejantes y se mantuvo a
20 140°C para enfriar el gas a 140°C. Urea y melamina y semejantes, contenidas en el gas de desperdicio, fueron absorbidas en esta mezcla fundida, incrementando por ello la concentración de melamina del líquido fundido hasta 2%. El gas de desperdicio contenía 5-20 g/m³ de gotas líquidas de la mezcla fundida. Con el fin de separar
25 las gotas líquidas se efectuaron experimentos de separación usando
30



dos clases de separadores, es decir, un separador de ciclón y un separador laminar, un separador compuesto de superficies de colisión para las gotas líquidas y superficies múltiples, que generan corrientes de torbellino. Las condiciones de funcionamiento y los resultados de los experimentos se ilustran en la siguiente tabla, en que los resultados se indican en términos de periodos de tiempo, al final de los cuales las eficacias de separación fueron reducidas a 80% de los valores iniciales.

TABLA

10

Experi- mento Número	Separador Usado	Película líquida que fluye descendente- mente	Periodo de tiempo, du- rante el que la efica- cia de separación fue mantenida por encima de 80%
15	1. Separador de ciclón	Ninguna	20 dias
15	2. Separador de ciclón	Formado a lo largo de la superficie interna del separador rociando 10 kg/hr de urea fundi- da conteniendo 1% de biuret	Más de 150 dias
20	3. Separador de ciclón	Una mezcla fundida de urea, melamina y pro- ductos de descomposi- ción térmica de urea, usados para enfriar el gas de desperdicio, se hizo fluir descendente- mente a lo largo de la superficie interior del separador al régimen de 10 kg/hr.	Más de 150 dias
25	4. Separador laminar	Ninguna	15 dias
	5. Separador laminar	Igual que en el Experi- mento No. 2	Más de 150 dias
	6. Separador laminar	Igual que en el Experi- mento No. 3	Más de 150 dias



5 Como resulta evidente de los resultados mostrados en los ex-
perimentos 2, 3, 5 y 6 en la tabla, la eficacia de separación fue
mantenida a un alto nivel durante un periodo de tiempo considera-
blemente prolongado, sin tener en cuenta el tipo de separador em-
pleado, cuando se formó una película líquida de flujo descendente
a lo largo de la superficie interna del separador, contrariamente
a los resultados de los experimentos 1 y 4, en que la eficacia de
separación fue rebajada dentro de un breve periodo de tiempo, ya
que no se usó ninguna película líquida de flujo descendente.

10

N O T A

EN RESUMEN: la presente Patente de Invención que por veinte
años se solicita para España, ha de recaer sobre las siguientes
reivindicaciones:

15

20

25

30

1ª.- Procedimiento para separar gotas líquidas de una corrien-
te de gas, estando seleccionadas las gotas del grupo consistente
en urea, productos de descomposición térmica de urea y sus mez-
clas, con melamina residual, contenida en el gas de desperdicio
de un procedimiento de recuperación de melamina, en que un gas
efluente de síntesis de melamina, obtenido por descomposición tér-
mica de urea, o sus productos de descomposición térmica, se refri-
gera para separar de ello melamina por cristalización y el gas res-
tante es lavado con urea fundida o una mezcla fundida de urea y
sus productos de descomposición térmica para recuperar urea sin
reaccionar, productos de urea de descomposición térmica sin reac-
cionar y melamina residual, de ello, caracterizado porque compren-
de la operación de hacer colisionar el gas de desperdicio resultan-
te, conteniendo dichas gotas líquidas, contra una superficie sepa-
radora y proveyendo dicha superficie de una película, fluyendo des-
cendentemente, de un líquido seleccionado del grupo consistente en
urea fundida, una mezcla fundida de urea y los productos de urea
de descomposición térmica y sus mezclas fundidas con melamina.



2^a.- Procedimiento según la reivindicación 1^a, caracterizado porque el separador usado está seleccionado del grupo consistente en un separador de ciclón, un separador de percusión del tipo de placa de mamparo y un separador laminar.

5 3^a.- Procedimiento según la reivindicación 1^a, caracterizado porque dicho líquido contiene de 10 a 90% de peso de un compuesto soluble en el mismo para rebajar el punto de fusión de dicho líquido conteniendo dicho compuesto.

10 4^a.- Procedimiento según la reivindicación 3^a, caracterizado porque dicho compuesto es seleccionado del grupo consistente en sales de amonio de ácido nítrico, ácido rodánico, ácido fórmico y ácido acético y sales de guanidina con un ácido.

5^a.- Procedimiento según la reivindicación 1^a, caracterizado porque dicho líquido es urea fundida, conteniendo 1% de peso de biuret

15 6^a.- Procedimiento según la reivindicación 1^a, caracterizado porque dicho líquido es una mezcla fundida de urea, melamina y el producto de descomposición térmica de urea.

20 7^a.- Por último se reivindica como objeto sobre el que ha de recaer la presente Patente de Invención que por veinte años se solicita registrar para España, - - - - -

p o r

" PROCEDIMIENTO PARA SEPARAR GOTAS LIQUIDAS DE UNA CORRIENTE DE GAS "

25 Todo conforme queda expresado en la presente Memoria Descriptiva que consta de nueve hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 16 SET. 1974

P.A.,

Handwritten signatures and initials, including a large signature on the right and a smaller one on the left.