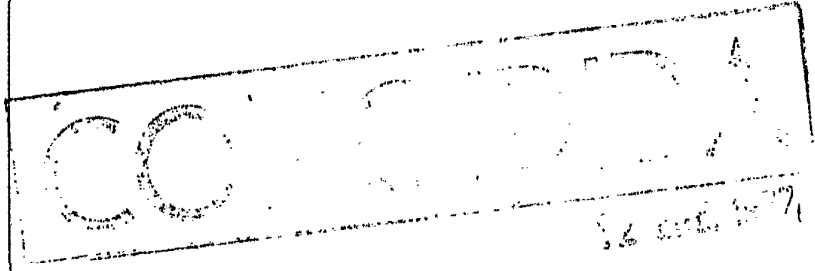


465223

B010

memoria descriptiva



CLASE DE REGISTRO Una Patente de Invención, por veinte años en España.

NOMBRE Y NACIONALIDAD DEL SOLICITANTE MITSUI TOATSU CHEMICALS, Incorporated.
- sociedad japonesa -

RESIDENCIA Y DOMICILIO TOKIO (Japón)
Nº 2-5, Kasumigaseki 3-Chome, Chiyoda-Ku.

OBJETO "Procedimiento para el tratamiento de vapor de agua generado al concentrar una solución acuosa de urea".

INVENTORES Shigeru INOUE, Tadao SHIRASU y Hisashi MIYAGAWA, todos de nacionalidad japonesa.

PRIORIDAD Solicitud patente japonesa Nº 53141/1975 del 6 de mayo de 1975.

1 El presente invento se realaciona con un procedi-
miento para tratar vapor de agua, que es generado mientras se
está concentrando una solución acuosa de urea conteniendo pe-
queñas cantidades de amoniaco y dióxido de carbono y, mas par-
5 ticularmente, se refiere a un procedimiento para recuperar amo-
niaco y dióxido de carbono desde el vapor de agua, que es ge-
nerado mientras se está concentrando una solución acuosa de
urea conteniendo pequeñas cantidades de dichos amoniaco y
dióxido de carbono.

10 La producción de urea cristal o urea fundida a
partir de dióxido de carbono y amoniaco, se efectúa por un
procedimiento que comprende el hacer reaccionar dióxido de car-
bono y amoniaco a temperaturas y presiones formadoras de urea,
15 haciendo pasar el resultante afluente de síntesis de urea,
conteniendo urea, carbamato de amonio sin reaccionar y agua,
a través de una pluralidad de etapas para descomponer el car-
bamato de amonio sin reaccionar (por ejemplo, dos etapas com-
puestas de una etapa de alta presión y una etapa de baja pre-
20 sión; tres etapas compuestas de dos etapas de alta presión y
una de baja presión, o desprendiendo por dióxido de carbono o
amoniaco a presión sustancialmente igual a una presión de sín-
tesis de urea y subsiguiente etapa de descomposición de alta
y/o baja presión; siendo algo general el procurar una separa-
25 ción relámpago en una fase bajo presión casi normal o al va-
cío subsiguientemente a una etapa de descomposición de baja
presión) en que la presión se reduce por grados con el fin
de separar el carbamato de amonio sin reaccionar desde la mez-
cla de reacción por descomposición y sometiendo la resultante
30 solución acuosa de urea, conteniendo pequeñas cantidades de

1 amoniaco y dióxido de carbono, a concentración a presión nor-
mal o al vacío, para separar urea como cristales, o alterna-
tivamente, concentrando la solución acuosa de urea contien-
do pequeñas cantidades de amoniaco y dióxido de carbono, en
5 urea fundida, sustancialmente libre de agua, sin producir urea
cristal.

10 En este procedimiento, el vapor de agua generado desde un concentrador contiene generalmente pequeñas cantida-
des de niebla de solución acuosa de urea, amoniaco y dióxido
de carbono, de modo que la descarga del vapor de agua conden-
sando el vapor en agua, no solo da por resultado la polución
del agua, sino también la pérdida de urea y amoniaco. Por lo
tanto, es una práctica común condensar el vapor de agua enfriando
15 indirectamente, en una solución acuosa diluida de urea, amo-
niaco y dióxido de carbono, y someter la solución acuosa di-
luida a rectificación para separación de una mezcla gaseosa
de amoniaco, dióxido de carbono y vapor de agua desde la solu-
ción, recuperándose la mezcla gaseosa por absorción junto con
un gas de escape desde la etapa de descomposición a baja pre-
20 sión de carbamato amónico sin reaccionar. Sin embargo, el va-
por de agua en la mezcla gaseosa es de gran cantidad de modo
que el absorbato obtenido por la absorción de la mezcla gaseo-
sa desventajosamente tiende a ser diluido en exceso. Además,
25 se necesitará inconvenientemente agua refrigerante adicional
para la eliminación de calor de condensación del vapor de agua.

30 Los siguientes dos procedimientos son considera-
dos disponibles para la recuperación de amoniaco y dióxido de
carbono desde el vapor de agua descargado desde la etapa de
concentración de la solución acuosa de urea para el repetido

1 uso en la síntesis de urea. El primer procedimiento incluye
el condensar el vapor de agua para formar una solución acuosa
diluida de carbamato de amonio y en someter la solución acuosa
5 a descomposición junto con efluente de síntesis de urea
conteniendo carbamato de amonio no reaccionado a alta o baja
presión para descomponer el carbamato de amonio contenido en
la solución acuosa diluida de carbamato de amonio, así como
carbamato de amonio no reaccionado.

10 En este procedimiento, sin embargo, todo el vapor
de agua de la etapa de concentración de la solución acuosa de
urea, se alimenta hacia la etapa de descomposición y el vapor
de agua desde la etapa de concentración aumenta gradualmente
en cantidad, quedando al final excesivamente diluida la solu-
15 ción acuosa de urea. Con el fin de evitar la excesiva dilución
se requiere, bien sea descartar parte del vapor de agua del
sistema, o procurar un sistema adicional para recuperar amo-
niaco y dióxido de carbono desde el vapor de agua.

20 En el segundo procedimiento, el vapor de agua,
alimentado desde la etapa de concentración, se comprime y so-
mete a descomposición de baja presión, para condensación de la
mayor parte del vapor de agua y para la recogida de amoniaco
y dióxido de carbono comprendido, así como de amoniaco y dió-
xido de carbono, que se formen en la descomposición de carba-
25 mato de amonio no reaccionado. Sin embargo, este procedimien-
to tiene el mismo inconveniente del primer procedimiento. Ade-
más, amoniaco y dióxido de carbono también se condensan inevi-
tablemente juntos con parte de vapor de agua al comprimir la
mezcla gaseosa. Por lo tanto, es necesario impedir que se con-
30 densen amoniaco y dióxido de carbono, requiriendo un compli-

1 cado aparato.

Por lo tanto, es un objeto del presente invento
procurar un procedimiento mejorado para la recuperación de am-
niaco y dióxido de carbono desde vapor de agua generado al con-
5 centrar una solución acuosa de urea.

Se ha hallado, que puede alcanzarse el objeto arri-
ba señalado por una mejora en el procedimiento para tratar va-
por de agua generado al concentrar solución acuosa de urea,
en que un efluente de síntesis de urea, conteniendo urea, car-
10 bamato de amonio sin reaccionar y agua desde una zona de sín-
tesis de urea, se somete a una pluralidad de etapas de des-
composición de carbamato de amonio no reaccionado, cuyas pre-
siones se reducen gradualmente para descomponer y separar sus-
tancialmente todo el carbamato de amonio no reaccionado desde
15 la solución de urea acuosa y la solución de urea acuosa que
todavía contiene pequeñas cantidades de amoniaco y dióxido de
carbono, se concentra para obtener urea cristal o urea fundi-
da sustancialmente libres de agua. La mejora comprende la re-
frigeración para condensación de vapor de agua, que es genera-
20 do al concentrar la solución acuosa de urea, y que contiene
pequeñas cantidades de amoniaco y dióxido de carbono, formando
por ello una solución acuosa diluida de carbamato de amonio,
sometiendo la solución acuosa diluida de carbamato de amonio,
25 a rectificación a una presión de manómetro inferior a 25 kg/
cm² para destilar separando una mezcla gaseosa de vapor de a-
gua, amoniaco y dióxido de carbono, introduciendo la mezcla
gaseosa en la etapa de descomposición de carbamato amónico no
reaccionado, usando una rectificación sustancialmente según
30 la misma presión que la presión de la rectificación para la

1 solución acuosa diluida de carbamato de amonio para eliminar
el vapor de agua desde la mezcla gaseosa y recuperar los re-
sultantes amoniaco y dióxido de carbono junto con una mezcla
gaseosa de amoniaco y dióxido de carbono, que se genera en la
5 etapa de descomposición de carbamato de amonio no reaccionado.

El procedimiento del invento es aplicable no solo a una síntesis de urea, con reciclo de solución, sino también a una síntesis de urea con un reciclo de gas caliente, descrita en la patente de EE.UU. nº 3.200.148, una síntesis de
10 urea con un reciclo de lodo de carbamato de amonio o una síntesis de urea del tipo de un solo paso. En otras palabras el procedimiento del invento puede aplicarse a cualquier procedimiento de síntesis de urea a condición de que el procedimiento incluya una etapa de rectificación a una presión de manómetro
15 por debajo de 25 kg/cm^2 , en que carbamato de amonio no reaccionado, contenido en el efluente de síntesis de urea, se descompone para separar por destilación una mezcla gaseosa de amoniaco y dióxido de carbono sin tener en cuenta de si la mezcla gaseosa destilada se devuelve al ciclo o no, ni la manera de efectuar la devolución al ciclo.
20

En el presente invento, un efluente de síntesis de urea, que es descargado desde un autoclave de síntesis de urea y que contiene urea, carbamato amónico no reaccionado y agua, se trata para descomposición del carbamato de amonio no
25 reaccionado en amoniaco y, dióxido de carbono, a través de una pluralidad de etapas de descomposición, en que la presión se reduce por grados. La descomposición del carbamato de amonio no reaccionado se efectúa por lo menos en una etapa de descompo-

1 sición de alta presión a una presión de manómetro desde 15
kg/cm² hasta una presión igual a la presión de síntesis de
urea, y una etapa de descomposición de baja presión a una pre-
5 sión de manómetro desde 1 a 5 kg/cm², como es bien conocido en
la técnica. La descomposición de alta presión del carbamato
amónico no reaccionado, puede conducirse desprendiendo con
dióxido de carbono o amoniaco a una presión sustancialmente
igual a la presión de síntesis de urea, una rectificación de
alta presión a una presión de manómetro de 15 a 25 kg/cm², o
10 por una descomposición de dos etapas compuesta de una etapa
de descomposición del carbamato de amonio no reaccionado a
una presión de manómetro desde 40 a 100 kg/cm² y una subsi-
guiente etapa de rectificación a una presión de manómetro des-
de 15 a 25 kg/cm².

15 La descomposición de baja presión se efectúa ge-
neralmente por rectificación en que una temperatura de cabeza
se prefiere dentro de un alcance desde 100°C a 140°C y se pre-
fiere una temperatura fija dentro del alcance de 120° a 16°C.
La rectificación de baja presión puede ser conducida despren-
20 diendo con una pequeña cantidad de dióxido de carbono, La so-
lución acuosa de urea, descargada desde la rectificación de
baja presión, todavía contiene una pequeña cantidad de carba-
mato amónico no reaccionado, de modo que es preferible some-
ter la solución acuosa de urea a deflagración a una presión
25 casi normal para la eliminación de la mayoría del carbamato
de amonio no reaccionado.

La solución acuosa de urea, sustancialmente libre
del carbamato de amonio no reaccionado, entonces es alimentada
30 a una etapa de concentración, en que se evapora agua para for-

1 mar urea cristal o urea fundida, sustancialmente libres de
agua. La concentración en general se efectúa al vacío y a
presión normal. El vapor de agua generado en la concentración,
5 contiene sustancialmente todo el amoniaco y dióxido de car-
bono que están contenidos en la solución acuosa de urea, y
una pequeña cantidad de la niebla de solución acuosa de urea.
El vapor de agua es condensado en un condensador para formar
una solución acuosa diluida de carbamato de amonio y urea.
Esta solución acuosa diluida se somete a rectificación de pre-
10 sión a una presión de manómetro por debajo de 25 kg/cm^2 pre-
ferentemente a una rectificación de baja presión a una pre-
sión de manómetro desde 1 a 5 kg/cm^2 , para su separación en
una mezcla gaseosa de amoniaco y dióxido de carbono y agua
15 libres de amoniaco y dióxido de carbono. En la rectificación,
la temperatura de cabeza se prefiere que esté dentro de un
alcance desde 110° a 180°C y la temperatura estacionaria den-
tro de un alcance desde 120° a 230°C . Por la rectificación,
parte del agua de la solución acuosa diluida se descarga des-
de el sistema de síntesis de urea. Por ejemplo, cuando la so-
20 lución acuosa diluida contiene agua en una cantidad desde
98 a 99% (de peso) el contenido de vapor de agua en la mezcla
gaseosa de amoniaco, dióxido de carbono y vapor de agua, que
se destilan por rectificación, se prefiere que esté en el al-
cance desde 60 a 75% (de volúmen). Con el fin de controlar
25 un contenido de agua en la mezcla gaseosa en la etapa de rec-
tificación, puede disponerse un condensador en la parte supe-
rior de una columna rectificadora, para permitir que un con-
densado de la mezcla gaseosa destilada entre en contacto con
30 una mezcla gaseosa destilada en adecuadas condiciones de re-

1 frigeración. Con la presión de rectificación por encima de 25
kg/cm² (manómetro), el grado de separación de amoniaco desde
la solución acuosa, es inferior.

5 La mezcla gaseosa de amoniaco, dióxido de car-
bono y vapor de agua, desde la etapa de rectificación, se ali-
menta en una columna rectificadora para el efluente de síntesis
de urea, que funciona a una presión de manómetro por deba-
jo de 25 kg/cm². La mezcla gaseosa con preferencia se alimenta
10 en una bandeja de la columna rectificadora, que está colocada
de 1 a 3 bandejas por encima de una zona calentadora. En el ca-
so de que se use una columna empaquetada como columna rectifi-
cadora, la mezcla gaseosa puede ser alimentada en una admisión
situada en una posición correspondiente aproximadamente a la
bandeja arriba mencionada. La mezcla gaseosa, introducida en
15 la columna rectificadora, sube a través de la columna y se po-
ne en contacto con el efluente de síntesis de urea que fluye
descendiendo desde su parte superior, por lo que el vapor de
agua es condensado y separado de la mezcla gaseosa. El carba-
mato de amonio en el efluente de síntesis de urea, se descom-
20 pone en amoniaco y dióxido de carbono, por calor de condensa-
ción, que se genera en la condensación del vapor de agua. El
amoniaco y el dióxido de carbono contenidos en la mezcla ga-
seosa introducida en la columna rectificadora, meramente pasan
a través de la columna, Por lo tanto, el gas mixto, que es ge-
25 nerado por la descomposición de carbamato de amonio no reaccio-
nado, y amoniaco y dióxido de carbono de la mezcla gaseosa in-
troducida, se descarga desde la parte superior de la columna
rectificadora, sin sustancial incremento en el contenido de
30 agua, cuando se compara con aquel de la mezcla gaseosa, gene-

1 rada por la descomposición del carbamato de amonio, no reac-
cionado, con el resultado de que el vapor empleado en la co-
lumna rectificadora puede economizarse en una cantidad corres-
pondiente al calor de condensación resultante de la condensa-
5 ción del vapor de agua, contenido en la mezcla, gaseosa que se
introduce en la columna rectificadora.

El presente invento se ilustrará particular-
mente con referencia al adjunto dibujo, en que la figura úni-
ca es una carta de flujo mostrando una ejecución preferida del
10 invento.

Haciendo referencia a la figura, dióxido de
carbono, amoniaco y una solución recuperada de carbamato de
amonio, que se describirá posteriormente, se alimentan dentro
de un autoclave 4 de síntesis de urea, desde las líneas, 1, 2
15 y 3, respectivamente, para la reacción a una temperatura des-
de 170° a 210°C a una presión de manómetro desde 150 a 300 kg/
cm². El resultante afluyente de síntesis de urea, se hace pasar
a través de una línea 5 hasta una válvula 6 reductora de pre-
sión, en que su presión es reducida a un nivel inferior desde
20 15 a 25 kg/cm² y se introduce a través de una línea 7, en la
parte superior de una columna rectificadora 8 de alta presión.
La columna 8 rectificadora de alta presión o bien está provis-
ta de pluralidad de bandejas o empaquetada con un miembro em-
paquetador, tal como un anillo de Raschig en una de sus partes
25 intermedias, y está provista de un calentador 9 en su destila-
dor. La columna rectificadora de alta presión es mantenida a
una temperatura desde 120° a 160°C en su cabeza y a una tempe-
ratura de 140° a 180°C en su destilador. En la columna 8, una
30 parte principal del carbamato de amonio no reaccionado, conte-

1 nido en el efluente de síntesis de urea, se descompone en amon-
niaco, dióxido de carbono y vapor de agua, en la forma de una
mezcla gaseosa. El efluente de síntesis de urea, descargado
desde el fondo de la columna rectificadora de alta presión, se
5 alimenta a través de una línea 10, a una válvula 11 reductora
de presión, en que la presión es reducida a un nivel inferior
de 1 a 5 kg/cm² y después se hace pasar a la parte superior
de una columna rectificadora de baja presión 13 a través de
la línea 12. En la columna rectificadora 13 de baja presión
10 están previstas bandejas o un miembro empaquetador en su par-
te intermedia, similarmente a la columna 8 rectificadora de al-
ta presión. Además, está previsto un calentador 14 en el des-
tilador de la columna 13. La columna 13 rectificadora de ba-
ja presión se mantiene a una temperatura desde 100° a 140°C
15 en su cabeza y a una temperatura de 120° a 160°C en su desti-
lador, de modo que se descompone en su mayoría el carbamato
de amonio restante sin reaccionar. La rectificación a baja
presión puede efectuarse de acuerdo con el método de la paten-
te británica No. 1.295.742. La solución acuosa, descargada
20 desde el fondo de la columna rectificadora 13 de baja presión,
todavía contiene carbamato de amonio no reaccionado en una can-
tidad tan pequeña como 2 a 3% (de peso) de la solución acuosa
de urea. La solución acuosa de urea se hace pasar por una lí-
nea 15 a una válvula 16 reductora de presión para reducir una
25 presión a un nivel inferior de 0 a 2 kg/cm² (de manómetro) y
se deflagra en la parte superior de un separador de gas 18 por
una línea 17. El separador de gas 18 puede estar provisto en
el mismo de un miembro empaquetador o puede estar provisto de
30 un calentador en su parte de fondo. El separador 18 de gas

1 se mantiene a una temperatura de 90° a 130°C en su cabeza y
la mayoría de la restante sustancia no reaccionada se separa
de la solución acuosa de urea en la misma. La separación de
gas puede ser efectuada desprendiendo con aire o puede efec-
5 tuarse al vacío.

La solución acuosa de urea, que se descarga
del separador de gas 18 y que contiene pequeñas cantidades de
amoníaco y dióxido de carbono, se alimenta a una zona 22 de
concentración de un cristizador de vacío a través de una lí-
10 nea 19, una válvula 20 reductora de presión y una línea 21. La
zona 22 de concentración del cristizador de vacío se acciona
a una presión absoluta de 50 a 100 mmHg, en que el agua se eva-
pora, mientras se precipita urea como cristales. La cantidad
de agua, que debe evaporarse, es un total de una cantidad de
15 agua, que es equivalente al agua recién producida en el auto-
clave 4 de síntesis y de una cantidad de agua, que es introdu-
cida desde el exterior del sistema de síntesis de urea para uso
como un absorbente. Como una fuente de calor para la evapora-
ción de dicha agua, se usa el calor de absorción de la mezcla
20 gaseosa descargada desde la rectificación de alta presión, co-
mo se describirá aquí posteriormente. Los cristales precipita-
dos se retiran en la forma de lodo desde la zona 22a de cris-
talización del cristizador de vacío a través de una línea 23,
y se introducen en un separador 24 centrífugo para su separa-
25 ción desde el licor madre, seguido de su retirada a través de
una línea 24a. Los cristales de urea o la urea fundida, sus-
tancialmente libres de agua pueden obtenerse por varios méto-
dos, así como por el método de cristalización al vacío. Por
30 ejemplo, la solución acuosa de urea puede ser convertida en

1 urea de cristal por un método, en que la solución acuosa de
urea, desde la línea 21, se concentra a una presión normal y
se alimenta en un cristizador de un tipo de Swenson para for-
mar urea cristalina, o la solución acuosa de urea puede ser
5 concentrada en urea fundida, sustancialmente libre de agua al
vacío o a presión normal.

El vapor desde la zona 22 de concentración
del cristizador de vacío, que contiene pequeñas cantidades
de niebla de urea acuosa, amoníaco y dióxido de carbono, se
10 alimenta a un condensador 26 a través de una línea 25, donde
la misma es condensada por intercambio térmico indirecto con
agua refrigerante, que se alimenta desde una línea 27 y se
descarga desde una línea 28. Vapor de agua sin condensar se ha-
ce pasar a través de una línea 29 dentro de un eyector 30 pa-
15 ra generación de vacío, junto con amoníaco y dióxido de carbo-
no no condensados, y después se introduce en un condensador
barométrico 33, a través de una línea 32, junto con un vapor
de alta presión para impulsar el eyector, que es alimentado a
través de una línea 31. En el condensador 33 barométrico, el
20 vapor de agua no condensado es completamente condensado con
agua refrigerante, que se alimenta desde una línea 34.

El vapor de agua desde la línea 25 contiene
pequeñas cantidades de gases inertes, que son descargados des-
de el condensador 33 barométrico. El condensador 26 puede ser
25 una unidad o dos o mas unidades, conectadas en serie. Cuando
sea posible condensar sustancialmente todo el amoníaco y dió-
xido de carbono en el condensador 26, el condensador baromé-
trico 33 puede ser omitido. El vapor de agua puede hacerse pa-
sar a un adecuado separador, tal como un separador de ciclón,
30

1 equipado con una camisa refrigeradora, antes de la introducción
del mismo en el condensador 26, para separar la niebla de so-
lución acuosa de urea con condensación de parte de vapor de
5 agua. La resultante solución acuosa, que contiene urea, amonia-
co y dióxido de carbono en bajas concentraciones, puede usar-
se como un agua lavadora para urea de cristal obtenida por
la separación centrífuga o como agua de procedimiento, tal co-
mo un absorbente, que debe emplearse en una etapa de recupe-
ración de amoniaco no reaccionado.

10 El condensado, que contiene amoniaco, dióxi-
do de carbono y urea se alimenta a una bomba 37 a través de
una línea 35, junto con la solución acuosa, que es retirada
desde el condensador 33 barométrico a través de una línea 36
15 y contiene pequeñas cantidades de amoniaco y dióxido de car-
bono para elevar la presión sustancialmente al mismo nivel
que aquel de la columna 13 rectificadora de baja presión. El
condensado entonces es introducido en un cambiador térmico 39,
en que se calienta por intercambio indirecto de calor con agua
20 caliente, como describirá en detalle, y se alimenta a una
bandeja, situada en una posición adecuada de una columna 41
rectificadora de solución de carbamato de amonio acuosa. En
el destilador de la columna 41 rectificadora está dispuesto
un calentador 42. La mezcla gaseosa de amoniaco, dióxido de
25 carbono y vapor de agua se alimenta desde la cabeza de la co-
lumna 41 y se introduce a través de una línea 43 dentro de un
condensador 44, en que la mezcla gaseosa se pone en contacto
con un condensado (que es una solución acuosa de carbamato de
amonio, producida por condensación de la mezcla gaseosa, ali-
30 mentada desde la línea 43) que se mantiene a una temperatura

1 de 110 a 140°C por refrigeración, condensando por ello parte
del vapor de agua. Una parte del líquido condensado se alimen-
ta volviendo desde el condensador 44 a través de una línea
45, dentro de la parte superior de la columna rectificadora de
5 solución acuosa de carbamato de amonio. El vapor de agua, con-
tenido en la mezcla gaseosa desde la columna rectificadora 41
se prefiere que esté presente en la cantidad mayor posible,
puesto que es una fuente de calor para la rectificación de ba-
ja presión. En el caso usual, por lo tanto, no se efectúa nin-
10 gún reflujo. Si se realiza reflujo, la cantidad de reflujo
deberá mantenerse a un mínimo. Desde el destilador de la co-
lumna rectificadora 41 se descarga agua caliente teniendo una
temperatura de 120 a 230°C y que contiene una pequeña canti-
15 dad de urea (mientras que parte de la urea contenida en la
solución acuosa alimentada desde la línea 40, se hidroliza).
Esta agua caliente se alimenta en el cambiador térmico 39 a
través de una línea 46. En el cambiador térmico 39, el agua
caliente se enfría por intercambio térmico indirecto con la
20 solución acuosa, que debe alimentarse en la columna 41 recti-
ficadora de solución acuosa de carbamato de amonio y se des-
carga desde una línea 47. Cuando se considere inconveniente,
desde un punto de vista de polución ambiental, el descargar,
el agua caliente conteniendo urea desde el sistema de sínte-
25 sis de urea según está, la niebla de solución de urea acuosa
debería suprimirse antes de la introducción del vapor de agua
desde la zona 22 de concentración del cristalizador de vacío
en el condensador 26 de una manera tal como se ha descrito
aquí anteriormente. Debe observarse que la mezcla gaseosa des-
30 de la línea 48 puede ser alimentada dentro de la columna 8

1 rectificadora de alta presión, sin alimentarla a la columna
13 rectificadora de baja presión.

5 El contenido de vapor de agua en la mezcla gaseosa de amoniaco y dióxido de carbono, alimentada desde el condensador está, por ejemplo, en un alcance desde 60 a 75% (de volumen) cuando la solución acuosa, que debe alimentarse en la columna 41 rectificadora de solución acuosa de carbamato de amonio a través de la línea 40, contiene de 98 a 99% (de peso) de agua. La mezcla gaseosa es alimentada a través de una línea
10 48, a una bandeja situada justo por encima, o de 1 a 3 bandejas por encima de la zona calentadora de la columna 13 rectificadora de baja presión y se pone en contacto, en contracorriente, con el efluente de síntesis de urea, que desciende desde la parte superior de la columna, condensando por ello el
15 vapor de agua en el gas mixto. El carbamato de amonio no reaccionado, contenido en el efluente de síntesis de urea, se descompone por calor de condensación, generado durante la condensación del vapor de agua. La mezcla gaseosa introducida, desde la que se separa vapor de agua parcialmente por condensación,
20 se descarga desde la cabeza de la columna junto con una mezcla gaseosa de amoniaco, dióxido de carbono y vapor de agua, que se produce por descomposición del carbamato de amonio no reaccionado, contenido en el efluente de síntesis de urea.

25 El tratamiento de las mezclas gaseosas de amoniaco, dióxido de carbono y vapor de agua, descargadas desde la columna 8 rectificadora de alta presión, desde la columna 13 rectificadora de baja presión y desde el separador 18 de gas, respectivamente, se describirán mas abajo. La mezcla gaseosa desde el separador 18 de gas se alimenta a través de una
30

1 línea 49 dentro de un condensador 50 de gas, en que la misma
se pone en contacto para condensación a condiciones refrigera-
doras con un absorbente, tal como agua o una solución acuosa
de urea alimentada desde una línea 51, para formar una solu-
5 ción acuosa de carbamato de amonio..La así formada solución
acuosa de carbamato de amonio se alimenta a través de una lí-
nea 52 a una bomba 53 para elevar la presión de 1 a 5 kg/cm²
(manómetro), seguido de alimentación a través de las líneas 54
y 55 dentro de una columna 56 de absorción de baja presión. Si-
10 multáneamente, un licor madre de urea, que es separado por me-
dio del separador centrífugo 24, y que se alimenta a través de
una línea 57 a una bomba 58, en que la presión se aumenta de 1
a 5 kg/cm² (manómetro) se alimenta dentro de la columna 56 de
absorción de baja presión a través de las líneas 59 y 55. Ade-
15 más, parte o toda la solución acuosa de carbamato de amonio
desde la línea 54, que se alimenta a través de una línea 60
para combinarse con el condensado desde la línea 38, puede
alimentarse dentro de la columna 41 rectificadora de solución
acuosa de carbamato de amonio, a través del cambiador de calor
20 39 y la línea 40. Por esto, el absorbato, obtenido en la colum-
na de absorción de baja presión, queda impedido de ser diluido.

Otra mezcla gaseosa, que es alimentada desde
la columna 13 rectificadora de baja presión, se hace pasar
dentro de la columna 56 de absorción de baja presión, a tra-
25 vés de una línea 61 y se absorbe en el arriba mencionado li-
cor madre de urea y la solución acuosa de carbamato de amonio,
con refrigeración. El resultante absorbato, conteniendo car-
bamato de amonio, es alimentado a través de una línea 62, a
30 una bomba 63,^{sh} que la presión es elevada a una presión de manó-

1 metro de 15 a 25 kg/cm² y además se alimenta a la parte superior de una columna 65 de absorción de alta presión a través de una línea 64. En la parte del fondo de la columna 65 de absorción de alta presión, se alimenta una mezcla gaseosa desde

5 la columna 8 rectificadora de alta presión a través de la línea 66. En la columna 65 de absorción de alta presión, la mezcla gaseosa se pone en contacto y se absorbe en la solución acuosa de carbamato de amonio, que ha fluido descendiendo, con refrigeración por un refrigerador 67, y la restante mezcla

10 gaseosa no absorbida, se pone en contacto forzosamente con la solución acuosa de carbamato de amonio, que fluye descendiendo, desde la parte superior, mientras sube a través de la columna para permitir que se absorba en ello todo el dióxido de carbono y parte del amoníaco. Como resultado, se descarga gas

15 de amoníaco, libre de dióxido de carbono, desde la cabeza de la columna. El gas amoníaco se hace pasar a través de una línea 68, hacia un condensador 69 de amoníaco, en que el mismo es enfriado y licuado. El amoníaco líquido resultante se alimenta a través de una línea 70 dentro del autoclave 4 de síntesis junto con amoníaco líquido de preparación desde la línea 2. Aunque se puede hacer pasar agua refrigerante a través del refrigerador 67, el lodo de urea desde la zona 22a de cristalización del cristizador de vacío puede hacerse pasar a

20 través del mismo, dentro de la zona de concentración 22 del cristizador de vacío para uso como fuente de calor, por la que se evapora agua desde el lodo de urea. Desde la parte de fondo de la columna 65 de absorción de alta presión, se retira la solución recuperada de carbamato de amonio de alta concentración, y la solución es alimentada a través de una línea

25

30

1 71 dentro de una bomba 72, en que la presión se eleva hasta una presión de manómetro de 150 a 300 kg/cm², y se hace pasar al autoclave 4 de síntesis de urea, a través de la línea 3.

5 En la arriba citada ejecución, la mezcla gaseosa, generada por descomposición del carbamato de amonio no reaccionado, puede recuperarse no solo por absorción con un absorbente, sino también por un método, en que la mezcla gaseosa es comprimida adiabáticamente por medio de un compresor y alimentada al autoclave de síntesis de urea en la forma de un gas, o refrigerando la mezcla gaseosa en amoníaco líquido o aceite, para formar una suspensión cristalizada de carbamato de amonio.

10

De acuerdo con el invento, la mayoría del calor, que se requiere para destilar amoníaco y dióxido de carbono, así como vapor de agua desde un condensado de vapor de agua generado en la operación de concentrar una solución acuosa de urea, puede usarse de nuevo en la rectificación de carbamato de amonio no reaccionado, contenido en el efluente de síntesis de urea, para reducir la cantidad de vapor, que se consume, y por ello apenas aumentando el consumo de vapor, si se considera el equilibrio de calor de la totalidad del procedimiento de producción de urea. La absorción de una mezcla gaseosa desde la rectificación de baja presión del condensado de vapor de agua, generado al concentrar una solución acuosa de urea, es ventajosa porque la cantidad de calor, que debe eliminarse por refrigeración, es menor que la requerida en un método convencional, en que una mezcla gaseosa, destilada desde el condensado, es absorbida junto con una mezcla gaseosa de rectificación de baja presión del efluente de síntesis de

15

20

25

30

1 urea, puesto que no entra exceso de vapor de agua en la etapa de absorción, como en el método convencional.

5 El presente invento será particularmente ilustrado por medio del siguiente ejemplo, en que las partes son de peso.

Ejemplo

La síntesis de urea de amoníaco y dióxido de carbono en una proporción molar de 4, se efectuó a una presión de manómetro de 250 kg/cm^2 a una temperatura de 200°C para obtener un efluente de síntesis de urea, que fue sometido a rectificación de alta presión de 17 kg/cm^2 y después a rectificación a baja presión a una presión de manómetro de $2,5 \text{ kg/cm}^2$ a temperatura de cabeza y de destilador de 105°C y 130°C respectivamente, para obtener una solución acuosa de urea, compuesta de 1.120 partes/hora de urea, 15 partes/hora de amoníaco, y 13 partes/hora de dióxido de carbono, y 415 partes/hora de agua. La solución acuosa de urea fue deflagrada dentro de un separador de gas para separar amoníaco y dióxido de carbono a una presión normal a 110°C . Como resultado el amoníaco y dióxido de carbono, restantes en la solución acuosa de urea, se redujeron a 5 partes / hora y 3 partes/hora, respectivamente. Esta solución fue introducida en una zona de concentración de un cristizador de vacío, accionado a una presión absoluta de 80 mmHg a una temperatura de 65°C para cristalizar 1000 partes/hora de urea cristal en la zona de cristalización de un cristizador de vacío, mientras se evaporaban 360 partes/hora de vapor de agua junto con 4,6 partes de amoníaco y 2,7 partes de dióxido de carbono. La así obtenida urea cristal fue separada del licor madre por medio de un separador centrífugo.

1 En el licor madre, estuvieron contenidas, 0,4 partes/hora de amoniaco y 0,3 partes de dióxido de carbono. El licor madre fue usado para absorbente de amoniaco y dióxido de carbono, alimentados desde la columna rectificadora de baja presión.

5 La mezcla gaseosa de vapor de agua, amoniaco y dióxido de carbono, obtenida por evaporación en la zona de concentración del cristizador de vacío, se hizo pasar dentro de un condensador de superficie y enfriada con agua para condensación, para producir una solución diluida acuosa de carbamato de amonio de 37°C. En un eyector para generación de vacío, fueron aspirados gases inertes, que estuvieron sustancialmente libres de amoniaco y de dióxido de carbono y de vapor de agua saturado. La solución acuosa diluida de carbamato amónico, desde el condensador de superficie, estuvo compuesta de 4,5 partes/hora de amoniaco, 2,7 partes/hora de dióxido de carbono y 350 partes de agua, y su presión fue elevada a 2,7 kg/cm² (manómetro) por una bomba. La solución acuosa fue alimentada a una parte central de una columna rectificadora de solución acuosa de carbamato de amonio, en que el destilador y la cabeza se mantuvieron a 145°C y 125°C, respectivamente. Desde la cabeza fueron destiladas 4,6 partes/hora de amoniaco, 2,7 partes/hora de dióxido de carbono y 11 partes/hora de agua, en la forma de una mezcla gaseosa.

25 Esta mezcla gaseosa fue alimentada a una bandeja, justo por encima de la zona calentadora de la columna rectificadora de baja presión, accionada a una presión de manómetro de 2,5 kg/cm². Desde la cabeza de la columna rectificadora de baja presión, se destiló una mezcla gaseosa, que estuvo compuesta de 109,6 partes/hora de amoniaco, 52,7 partes/hora

1 hora de dióxido de carbono y 40,4 partes/hora de vapor de agua,
y desde el destilador se descargó una solución acuosa de urea,
que estuvo compuesta de 1.120 partes/hora de urea, 15 partes/
5 partes/hora de agua, es decir una solución acuosa de urea, en
que aumentó el agua por 10,6 partes/hora en comparación con un
caso, en que no se había introducido en la columna rectifica-
dora de baja presión, una mezcla gaseosa desde la columna rec-
tificadora de solución acuosa de carbamato de amonio. Cuando
10 la mezcla gaseosa desde la columna rectificadora de solución
acuosa de carbamato de amonio no fue alimentada en la columna
rectificadora de baja presión, el gas destilado desde su cabe-
za estuvo compuesto de 105 partes/hora de amoniaco, 50 partes/
hora de dióxido de carbono y 40 partes/hora de vapor de agua.
15 El consumo de vapor en la columna rectificadora de baja presión
fue de 0,077 toneladas por tonelada de urea, cuando la mezcla
gaseosa desde la solución acuosa de carbamato de amonio fue
introducida en la columna rectificadora y 0,090 toneladas por
20 tonelada de urea, cuando la mezcla gaseosa no fue introducida
en la columna rectificadora.

N O T A

25 La presente patente de invención, comprende las
siguientes reivindicaciones:

1.- Procedimiento para el tratamiento de vapor
de agua generado al concentrar una solución acuosa de urea, en
que un efluente de síntesis de urea, conteniendo urea, carba-
mato de amonio no reaccionado y agua desde una zona de sínte-
30

1 sis de urea, se somete a una pluralidad de etapas de descompo-
sición de carbamato de urea no reaccionado, cuyas presiones
se reducen gradualmente para descomponer y separar sustancial-
mente la totalidad de carbamato de amonio no reaccionado desde
5 la solución acuosa de urea, y la solución acuosa de urea, que
todavía contiene pequeñas cantidades de amoniaco y dióxido de
carbono se concentra para obtener urea cristalina o urea fun-
dida, sustancialmente libres de agua, caracterizado por las
mejoras que comprenden las etapas de: (a) enfriar, para conden-
10 sación, vapor de agua, que es generado en la concentración de
dicha solución acuosa de urea y que contiene pequeñas canti-
dades de amoniaco y dióxido de carbono, formando por ello una
solución acuosa diluida de carbamato amónico; (b) someter di-
cha solución diluida acuosa de carbamato de amonio, en una
15 zona de rectificación, a rectificación a una presión de manó-
metro inferior a 25 kg/cm^2 para separar, destilando, una mez-
cla gaseosa de vapor de agua, amoniaco y dióxido de carbono;
(c) introducir dicha mezcla gaseosa dentro de dicha etapa de
descomposición de carbamato de amonio no reaccionado, sustan-
20 cialmente bajo la misma presión citada, para eliminar el vapor
de agua desde dicha mezcla gaseosa; y (d) recuperar los resul-
tantes amoniaco y dióxido de carbono junto con una mezcla ga-
seosa de amoniaco y dióxido de carbono, que es generada en di-
cha etapa de descomposición de carbamato de amonio no reaccio-
25 nado.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, ca-
racterizado porque dicho vapor de agua, generado al concentrar
dicha solución acuosa de urea, se condensa por refrigeración
30 indirecta con agua.

1 3.- Procedimiento según la reivindicación 2, ca-
racterizado porque la niebla de solución acuosa de urea, con-
tenida en dicho vapor de agua, se separa antes de la condensa-
ción de vapor de agua.

5 4.- Procedimiento según la reivindicación 1, ca-
racterizado porque dicho vapor de agua se condensa por refri-
geración indirecta, seguida de mezclado con agua.

10 5.- Procedimiento según la reivindicación 1, ca-
racterizado porque la rectificación de dicha solución acuosa
diluida de carbamato de amonio se realiza a una presión de ma-
nómetro desde 1 a 5 kg/cm².

15 6.- Procedimiento según la reivindicación 1, ca-
racterizado porque la rectificación de dicha solución acuosa
diluida de carbamato de amonio se realiza a una temperatura de
cabeza de 110° a 180° C y a una temperatura de destilador de
12^u a 230°C.

20 7.- Procedimiento según la reivindicación 1, ca-
racterizado porque una parte de la mezcla gaseosa, derivada
de dicha zona de rectificación, se condensa y el condensado
resultante se hace pasar a través de la cabeza de la zona de
rectificación para reducir el contenido de agua de la mezcla
gaseosa.

25 8.- Procedimiento según la reivindicación 1, ca-
racterizado porque la solución acuosa diluida de carbamato de
amonio se calienta, por intercambio de calor indirecto con
agua caliente, retirada desde la zona de rectificación.

30 9.- Procedimiento según la reivindicación 1, ca-
racterizado porque la mezcla gaseosa de dicha zona de recti-
ficación se alimenta en una rectificación de baja presión pa-

1 ra descomponer carbamato de amonio no reaccionado a una presión de manómetro de 1 a 5 kg/cm².

5 10.- Procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado porque la zona de rectificación se mantiene a una temperatura de cabeza de 100° a 140° C y una temperatura de destilador de 120° a 160° C.

11.- Procedimiento para el tratamiento de vapor de agua generado al concentrar una solución acuosa de urea.

10 Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva, ilustrada en los planos adjuntos, la cual consta de veinticuatro hojas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a

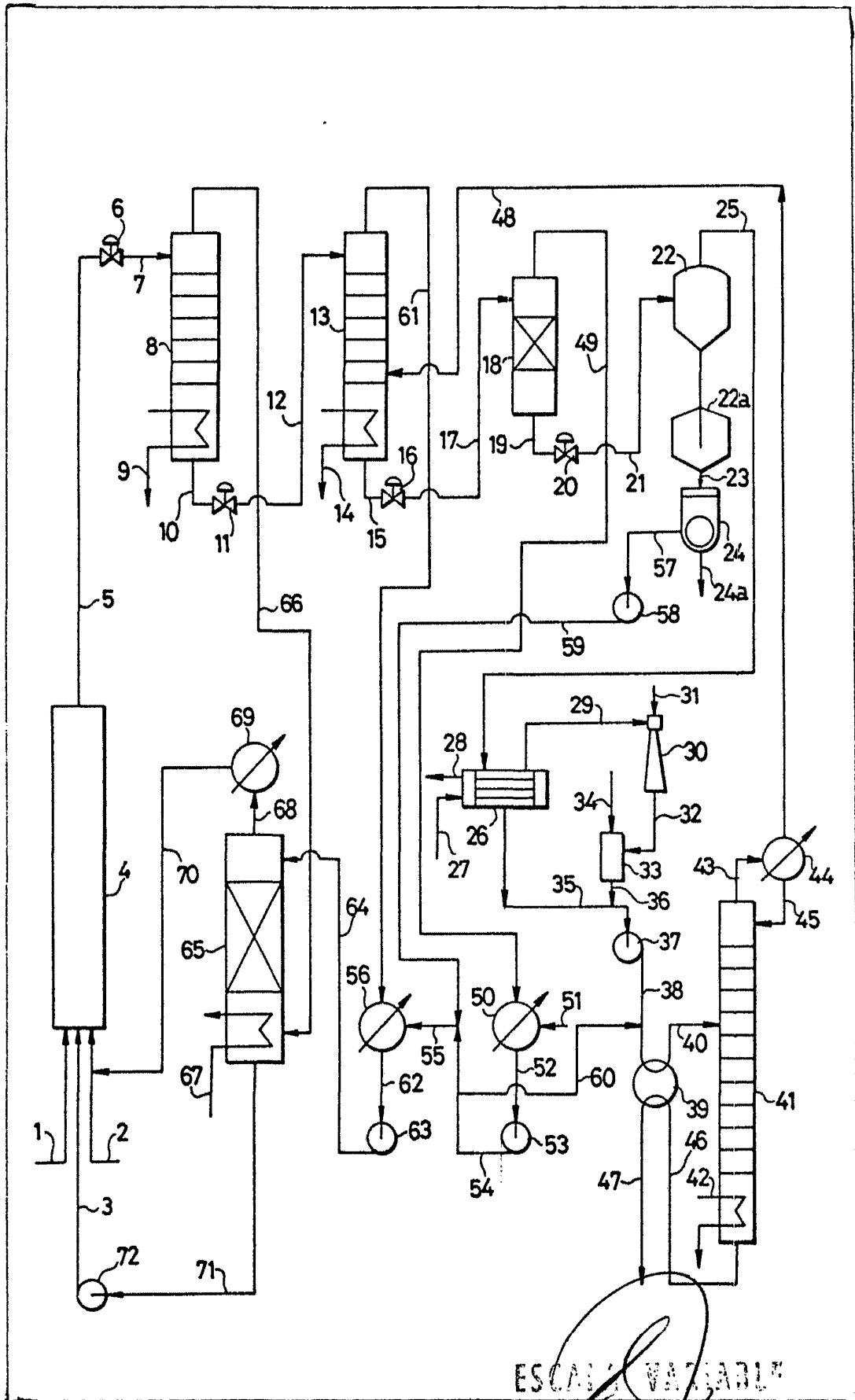
15

31 Dic 1975
CARLOS ROEB
P. P.
Fdo. Pedro Matamoros

20

25

30



ESCALA VARIABLE

CARLOS FERRER
R. P.

Fdo.: Pedro Matamorón