

20 JUL. 1978

10	ES	11	NUMERO	10	A 1
		21	465188		
		22	FECHA DE PRESENTACION		
			6-12-1977		



ESPAÑA

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:		
31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
30797 A/76	23-12-1976	Italia
47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C07C	
54 TITULO DE LA INVENCION		
"PROCEDIMIENTO INTEGRADO DE PRODUCCION DE AMONIACO-UREA PARA LA OBTENCION DE UREA"		
71 SOLICITANTE (ES)		
SNAMPROGETTI S.p.A., sociedad anónima italiana.		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
MILAN (Italia), Corso Venezia, 16.		
72 INVENTOR (ES)		
Vincenzo LAGANA y Francesco SAVIANO		
73 TITULAR (ES)		
74 REPRESENTANTE		
Don JOSE MIGUEL GOMEZ-ACEBO Y POMBO		

La presente invención se refiere a un procedimiento integrado de producción de amoníaco-urea para la obtención de urea.

5 Se conocen ya procedimientos integrados para la producción de amoníaco y urea, y entre ellos particularmente el descrito en la Patente italiana Nº 907.469.

Haciendo referencia a esta última, el procedimiento integrado de producción de amoníaco-urea se realiza utilizando la solución acuosa de amoníaco, obtenida absorbiendo con
10 agua el amoníaco que sale del reactor de síntesis del amoníaco, para formar carbamato amónico absorbiendo el anhídrido carbónico, contenido en los gases brutos de síntesis del amoníaco, en un reactor de carbamato.

El carbamato así formado es sucesivamente enviado a un
15 reactor para la síntesis de la urea, del cual se descarga una solución acuosa de carbamato amónico y urea, siendo después descompuesto el carbamato en sus componentes en un descomponedor de carbamato del cual son separados dichos productos de descomposición con amoníaco gaseoso, siendo
20 reciclados los productos de descomposición y el amoníaco gaseoso de separación en fase gaseosa al reactor de síntesis de la urea. El procedimiento precedentemente descrito adolece del notable inconveniente de que el contenido de amoníaco en la solución que sale del descomponedor separador es
25 muy elevado (aproximadamente un 37 %). Este hecho obliga a un sobredimensionamiento y a un consumo de vapor excesivo muy onerosos en lo que respecta a la sección de recuperación del amoníaco situada a continuación del descomponedor sepa-

rador de carbamato. El objeto de la presente invención consiste en un procedimiento integrado para la producción de urea mediante el cual es posible superar los inconvenientes del procedimiento integrado arriba citado. El procedimiento objeto de la presente invención consiste en alimentar la corriente gaseosa obtenida por reformaje con vapor u oxidación parcial de hidrocarburos líquidos o gaseosos que constituyen el gas bruto para la síntesis del amoníaco, y esencialmente constituida por CO_2 , H_2 y N_2 , a una columna de separación en contracorriente a la solución rica en amoníaco procedente del descomponedor de carbamato.

El procedimiento objeto de la presente invención consiste más particularmente en alimentar la corriente gaseosa obtenida por reformaje con vapor de hidrocarburos que constituyen el gas bruto para la síntesis del amoníaco, y esencialmente constituida por CO_2 , H_2 y N_2 , a una columna de separación adiabática, dispuesta a continuación de un descomponedor del carbamato, a la cual es alimentada la solución de urea rica en amoníaco procedente de dicho descomponedor del carbamato.

La corriente gaseosa arriba citada, enriquecida en NH_3 , H_2O , CO_2 , pasa del separador adiabático a una columna de absorción del CO_2 , en la que como líquido absorbente es utilizada una solución acuosa de carbonato amónico rica en amoníaco obtenida lavando en una columna la corriente gaseosa no absorbida, rica en amoníaco y que contiene sustancialmente N_2 y H_2 , procedente de dicha columna de absorción del CO_2 , con una solución acuosa de carbonato

amónico procedente de la sección de baja presión de la instalación de urea.

Los gases no absorbidos en la columna de absorción de la corriente procedente del absorbedor del CO_2 , esencialmente constituidos por N_2 y H_2 y vestigios de CO y CO_2 ,
5 son enviados a la metanación y después a la síntesis del amoníaco.

La solución de carbamato amónico formada en la columna de absorción del CO_2 es enviada al reactor de síntesis de la urea, preferiblemente a través de un eyector u otro
10 sistema estático, aprovechando la energía de presión del amoníaco anhidro y/o amoníaco en solución acuosa alimentado a través de dicho eyector u otro sistema estático al reactor de síntesis de la urea.

En el reactor de síntesis de la urea es completada la
15 deshidratación del carbamato a urea, obteniéndose una solución de urea rica en carbamato amónico, que es enviada a un descomponedor del carbamato en el que aproximadamente el 50 % de dicho carbamato es descompuesto en CO_2 y NH_3 , siendo
20 reciclados dichos NH_3 y CO_2 directamente en estado gaseoso, sin previas condensaciones, al reactor de síntesis de la urea; la solución de urea que sale del descomponedor es enviada después al separador.

Se ha encontrado que la separación del amoníaco mediante
25 la corriente gaseosa puede realizarse de modo adiabático sin aportación alguna de calor, debido a que el contenido térmico de la solución que deba tratarse es tal que al enfriarse proporciona el calor necesario para la separación.

Juntamente con el amoníaco son separados también el CO_2 residual y una cierta cantidad de agua contenidos en la solución procedente del descomponedor de carbamato.

5 El gas enriquecido en amoníaco, agua, CO_2 es enviado, según se ha dicho, al aparato de absorción del CO_2 , en el cual el CO_2 es absorbido por una solución acuosa de carbonato amónico rica en amoníaco.

10 En el aparato de absorción del CO_2 (reactor de carbamato) se forma carbamato amónico que es enviado, según se ha dicho, a un reactor de síntesis de la urea, del cual es descargada una solución de urea que es tratada en un descomponedor de carbamato, en el cual se descompone aproximadamente el 50 % del carbamato amónico que no se ha transformado en urea, y sucesivamente la solución de urea es separada del amoníaco y del CO_2 residual mediante gas constituido esencialmente
15 por CO_2 , H_2 y N_2 , según se ha descrito más arriba.

Operando según el procedimiento objeto de la presente invención es por tanto posible obtener una solución acuosa de urea concentrada pobre en amoníaco, que permite simplificar
20 notablemente la sección de recuperación del NH_3 , pudiendo la misma consistir de una sola etapa de 1 a 8 atmósferas con la consiguiente eliminación de la etapa intermedia a 18 atmósferas generalmente necesaria.

25 Una ulterior ventaja del procedimiento objeto de la presente invención consiste en la obtención, a la salida del condensador de amoníaco, de un gas bruto para la síntesis del amoníaco exento de CO_2 y con un contenido de amoníaco gaseoso extremadamente bajo (aproximadamente 2 %) gracias

al empleo como medio absorbente del amoníaco contenido en la solución acuosa de carbonato procedente de las secciones de recuperación de la instalación de urea. La reducción del contenido de amoníaco (aproximadamente un 14 % en la Patente citada) comporta una mayor eficacia de la sección de metanación que sirve para eliminar los vestigios de CO y CO₂ contenidos en el gas bruto para la síntesis del amoníaco.

Es importante hacer constar que el reactor para la síntesis de la urea, el descomponedor de carbamato, la columna de separación adiabática, el absorbedor del CO₂ y el condensador de amoníaco operan sustancialmente a la misma presión del reactor de síntesis de la urea, exceptuando las pérdidas de carga del circuito. Tal presión está comprendida en el intervalo de 100 - 250 atmósferas.

El calor de formación del carbamato que se desarrolla en el reactor de carbamato es utilizado para producir vapor que se utiliza en las secciones de concentración de la urea.

De cuanto queda expuesto resulta evidente el notable grado de economía y simplicidad que presenta el ciclo combinado (separación térmica para la descomposición del carbamato y separación adiabática para la eliminación del amoníaco y del CO₂ residual) arriba descrito.

El procedimiento integrado objeto de la presente invención se describe a continuación, de manera no limitativa, con relación al esquema ilustrado en el dibujo adjunto.

El gas bruto obtenido mediante reformaje con vapor de hidrocarburos (según técnicas conocidas), constituido esencialmente por CO₂, N₂ y H₂, es enviado después de compresión,

a través del conducto 1, a un aparato 15 de separación adiabática del NH_3 contenido en la solución precedente, a través del conducto 2, del descomponedor de carbamato 16.

5 Los gases más o menos enriquecidos en NH_3 son enviados, a través del conducto 3, al absorbedor 17 del CO_2 , desde la salida del cual son enviados, a través del conducto 4, al condensador 21 de NH_3 alimentado, a través del conducto 5, con una solución acuosa de carbonato amónico proveniente de la sección de recuperación de carbamato y amoníaco de la
10 instalación de urea.

En el absorbedor 17 del CO_2 (reactor de carbamato) dicho CO_2 reacciona casi completamente con el amoníaco de la solución amoniacal alimentada por el conducto 6, formando una solución de carbamato amónico descargada por el conducto 7
15 y alimentada al reactor 18 de síntesis de la urea a través del eyector 19 y el conducto 8.

La parte de CO_2 no reaccionada en el absorbedor 17 sale de la porción de cabeza del mismo, juntamente con el gas para la síntesis del amoníaco, a través del conducto 4 y es
20 absorbida por una solución de carbonato amónico rica en amoníaco en el absorbedor 21 que opera sustancialmente como condensador de amoníaco, formando una solución de carbamato amónico que es descargada e introducida, a través del conducto 6, en el fondo del absorbedor 17.

25 Los gases para la síntesis del amoníaco exentos de CO_2 y NH_3 que salen del aparato 21 por el conducto 9 son alimentados a un aparato de metanación para ser después enviados a un reactor de síntesis de amoníaco en el cual es producido

amoníaco que es lavado de los gases no reaccionados con agua, siendo alimentada la solución acuosa de NH_3 , a través del conducto 10, al reactor de síntesis de urea 18.

5 La solución de carbamato mezclada en el eyector 19 con la solución amoniacal procedente, a través del conducto 10, de la sección de síntesis del amoníaco, entra en el reactor 18 de síntesis de urea para iniciar la reacción de deshidratación del carbamato con la consiguiente formación de urea.

10 La solución amoniacal es bombeada por medio de la bomba 20, a través del conducto 11, al eyector 19 que proporciona a la solución de carbamato procedente de 17 la energía suficiente para entrar en el reactor de urea 18, a través del conducto 8.

15 La solución de urea que se forma en el reactor 18 entra, a través del conducto 12, en el descomponedor 16 del carbamato, en el cual, mediante aportación de calor, se descompone aproximadamente el 50 % del carbamato que no se ha transformado en urea, y los productos de la descomposición, constituidos esencialmente por NH_3 , CO_2 , H_2O retornan por el conducto 13
20 al reactor 18.

La solución de urea rica en amoníaco es alimentada, a través del conducto 2, al separador adiabático 15 según se ha descrito ya más arriba.

25 Resulta sorprendente el hecho de que al trabajar con el procedimiento según la presente invención la separación del amoníaco y CO_2 contenidos en la solución puede llevarse a cabo adiabáticamente sin aportación alguna de calor y que la disminución de la presión parcial del CO_2

en la corriente enviada al reactor de carbamato respecto al caso en que el gas bruto no pase por el separador adiabático sino que sea enviado directamente a dicho reactor de carbamato no tiene influencia alguna sobre la conversión a carbamato, contrastando ello con las enseñanzas de la técnica según las cuales para aumentar la conversión a carbamato es preciso aumentar la presión del CO_2 . Una variante no ilustrada en el dibujo, pero que podría tener una validez considerable en el caso de que se tuviese una zona de síntesis del amoníaco a una presión superior en 10 a 400 atmósferas a la del circuito isobárico de síntesis de la urea, consiste en eliminar el bombeo mediante la bomba 20 de la solución amoniacal y en comprimir, por el contrario, los gases del conducto 9 hasta la presión reinante en la zona de síntesis del amoníaco, obteniéndose por consiguiente amoníaco anhidro y/o acuoso que puede ser enviado directamente, sin ulteriores bombeos, al eyector 19.

En lo que respecta a las presiones, el procedimiento según la presente invención puede por consiguiente ser tanto isobárico, y en este caso las presiones están comprendidas entre 100 y 300 kg/cm^2 , como no isobárico, en cuyo caso particularmente la sección de producción de urea puede operar a una presión de, como se ha dicho ya, 10 a 400 atmósferas inferior a la de síntesis del amoníaco.

A continuación se describe un ejemplo con la finalidad de mejor ilustrar la invención, sin limitar, sin embargo, en modo alguno el alcance de la misma.

EJEMPLO:

Los datos de partida son:

- materia prima CH_4

- producción requerida de urea

5 granulada 1000 t/d

16362 Nm^3/h de gas natural, considerado como CH_4 al 100 %, son transformados según técnicas conocidas (reformaje

primario, reformaje secundario, conversión de CO a alta y

baja temperatura) en una mezcla de gas convertido que presen-

10 ta las siguientes características (en seco):

Caudal 88297 Nm^3/h Presión 32 atmósferas

Composición:

	H_2	54120 Nm^3/h	61,50 % en volumen
	N_2	17600 "	20,00 " "
15	CO	370 "	0,42 " "
	CO_2	15565 " (30572 kg)	17,35 " "
	A	211 "	0,24 " "
	CH_4	431 "	0,49 " "

20 Este gas es comprimido hasta 200 kg/cm^2 a la temperatura de 145°C y es enviado primeramente al separador adiabático

15 y después, para la absorción del CO_2 , al absorbedor 17 y

al condensador de amoníaco 21, y luego a la metanación

a través del conducto 9. El gas a la temperatura de aproxi-

madamente 190°C que sale de la columna de separación 15

25 presenta la siguiente composición (conteniendo las sustan-
cias separadas):

	H_2	54120 Nm^3/h	34,94 % en volumen
	N_2	17600 "	11,36 " "

	CO	370 Nm ³ /h	0,24 % en volumen
	CO ₂	19012 " (37322 kg/h)	12,27 " "
	A	211 "	0,14 " "
	CH ₄	431 "	0,28 " "
5	NH ₃	54024 " (41642 kg/h)	34,88 " "
	H ₂ O	<u>9124 " (7336 kg/h)</u>	5,89 " "
		<u>154892 Nm³/h Caudal total</u>	

A través del conducto 3 el gas entra en el absorbedor 17 de CO₂, en donde se encuentra con la solución absorbente con una T = 50°C y con los siguientes composición y caudal:

	NH ₃	25511 kg/h	71,43 % en peso
	CO ₂	4916 "	13,76 " "
	H ₂ O	<u>5287 "</u>	14,81 " "
		<u>35714 kg/h Caudal total</u>	

15 El carbamato descargado por 7 y reciclado al reactor 18 a través del eyector 19 presenta los siguientes composición y caudal (temperatura 155°C):

	NH ₃	44653 kg/h	47,23 % en peso
	CO ₂	38588 "	40,81 " "
20	H ₂ O	<u>11303 "</u>	11,96 " "
		<u>94544 kg/h Total</u>	

El gas que sale del absorbedor 17 del CO₂, y que a través del conducto 4 entra en el condensador 21 de NH₃, presenta la siguiente composición (temperatura 155°C):

25	H ₂	54120 Nm ³ /h	51,32 % en volumen
	N ₂	17600 "	16,69 " "

	CO	370 Nm ³ /h		0,35 % en volumen	
	CO ₂	1859 "	(3650 kg/h)	1,76	" "
	A	211 "		0,20	" "
	CH ₄	431 "		0,41	" "
5	NH ₃	29220 "	(22500 kg/h)	17,71	" "
	H ₂ O	<u>1642</u> "	(1320 kg/h)	1,56	" "
		<u>105453 Nm³/h Caudal total</u>			

En el absorbedor de amoníaco el gas se encuentra en contracorriente a la solución de carbonato 5 a la temperatura de 40°C y con los siguientes composición y caudal:

	NH ₃	4167 kg/h	43 % en peso
	CO ₂	1282 "	13 % en peso
	H ₂ O	<u>4242</u> "	44 % en peso
		<u>9691 kg/h Total</u>	

El gas convenientemente purificado para poder ser enviado a la zona de metanación a través del conducto 9 presenta los siguientes composición y caudal (temperatura 40°C):

	H ₂	54120 Nm ³ /h		72,56 % en volumen	
20	N ₂	17600 "		23,60	" "
	CO	370 "		0,50	" "
	CO ₂	8 "	(16 kg/h)	0,01	" "
	A	211 "		0,28	" "
	CH ₄	431 "		0,58	" "
25	NH ₃	1500 "	(1156 kg/h)	2,01	" "
	H ₂ O	<u>342</u> "	(275 kg/h)	0,46	" "
		<u>74582 Nm³/h Caudal total</u>			

El carbamato es mezclado, a través del conducto 7 y del eyector 19, con la siguiente solución amoniacal (temperatura 40°C):

	NH ₃	24767 kg/h	80,0 % en peso
5	H ₂ O	<u>6192 "</u>	20,0 " "
		30959 kg/h Total	
		=====	

y a través del conducto 8 la solución que constituye la mezcla de reacción entra en el reactor 18 a la temperatura de 116°C. La mezcla presenta la siguiente composición:

10	NH ₃	69420 kg/h	55,31 % en peso
	CO ₂	38588 "	30,75 " "
	H ₂ O	<u>17495 "</u>	13,94 " "
		125503 kg/h Total	
		=====	

Del reactor 18 sale una solución con la siguiente composición (temperatura 186°C):

	NH ₃	70513 kg/h	44 % en peso
	CO ₂	16026 "	10 " "
	UR	41667 "	26 " "
	H ₂ O	<u>32052 "</u>	20 " "
20		160258 kg/h Total	
		=====	

A través del conducto 12 es alimentado el descomponedor de carbamato 16, del cual sale la solución tratada 2 (temperatura 208°C):

	NH ₃	45809 kg/h	36,50 % en peso
25	CO ₂	8032 "	6,40 " "
	UR	41667 "	33,20 " "

H ₂ O	<u>29995 kg/h</u>	23,90 % en peso
	<u>125503 kg/h Total</u>	

Los gases separados entran por el conducto 13 en el reactor 18 (temperatura 195°C):

5	NH ₃	24704 kg/h	71,08 % en peso
	CO ₂	7994 "	23,00 " "
	H ₂ O	<u>2057 "</u>	5,92 " "
		<u>34755 kg/h Total</u>	

10 La solución de urea, que sale del descomponedor de carbamato 16 por el conducto 2, es alimentada al separador adiabático 15 en el que, según la presente invención, se encuentra en contracorriente al gas bruto 1 y es purificada hasta la composición siguiente:

	NH ₃	4167 kg/h	6,5 % en peso
15	CO ₂	1282 "	2,0 " "
	UR	41667 "	65,0 " "
	H ₂ O	<u>22659 "</u>	26,5 " "
		<u>69775 kg/h Total</u>	

20 La solución así obtenida a la temperatura de 90°C aproximadamente es descargada a la sección de recuperación de NH₃ y CO₂ a baja presión según la técnica conocida.

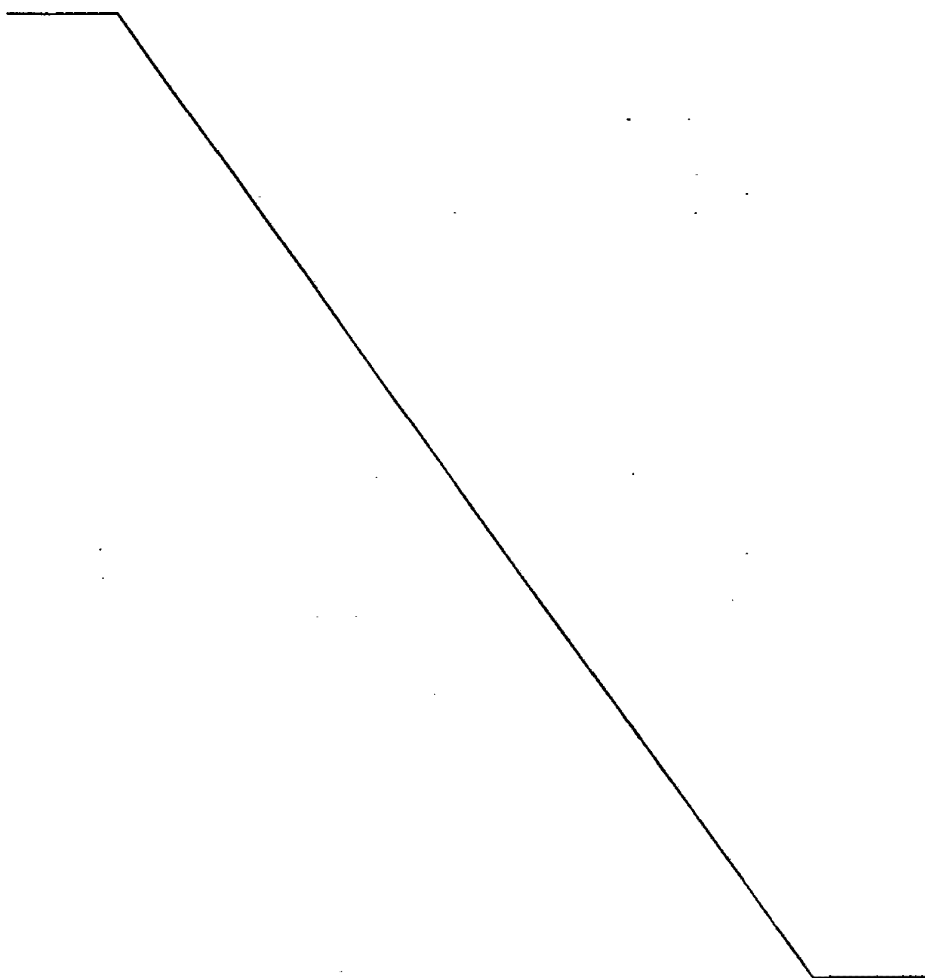
En el reactor de carbamato se utiliza el calor de formación del propio carbamato para producir vapor saturado a la presión de 4,5 atmósferas, correspondiente a un caudal
25 horario de aproximadamente 30.000 kg/h.

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

5 la descrita en la Solicitud de Patente Nº 30797 A/76, depositada en Italia en 23 de Diciembre de 1976, 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

10 en las siguientes reivindicaciones:



REIVINDICACIONES

1^a.- Procedimiento integrado de producción de amoníaco-
urea para la obtención de urea, comprendiendo alimentar
a un reactor de síntesis de la urea una corriente de
5 amoníaco anhidro y/o amoníaco en solución acuosa y una
corriente conteniendo carbamato amónico, descomponer en un
descomponedor el carbamato amónico contenido en la solución
de urea que sale de dicho reactor de síntesis de la urea
en amoníaco y anhídrido carbónico, y reciclar dichos amoníaco
10 y anhídrido carbónico en estado gaseoso a dicho reactor,
caracterizado porque la solución de urea a la salida del
descomponedor, conteniendo todavía aproximadamente el 50 %
del carbamato contenido en la solución de urea a la salida
del reactor de síntesis de la urea, es alimentada a una
15 columna de separación adiabática en la que como corriente
de separación se utiliza la corriente gaseosa obtenida por
reformaje con vapor u oxidación parcial de hidrocarburos
líquidos o gaseosos y esencialmente constituida por CO₂,
N₂ y H₂, siendo alimentados el gas de separación y los
20 productos de descomposición del carbamato a una columna de
absorción del CO₂ en la que se utiliza como líquido absor-
bente una solución acuosa de carbonato amónico rica en
amoníaco, obtenida lavando en una columna de lavado la
corriente gaseosa no absorbida, rica en amoníaco y conte-
25 niendo sustancialmente N₂ y H₂, procedente de dicha
columna de absorción del CO₂, con una solución acuosa de
carbonato amónico procedente de la sección de baja presión



de la instalación de urea, obteniéndose una solución de carbamato amónico que es alimentada al reactor de síntesis de la urea, y de la columna de lavado N_2 y H_2 que son enviados a la síntesis del amoníaco.

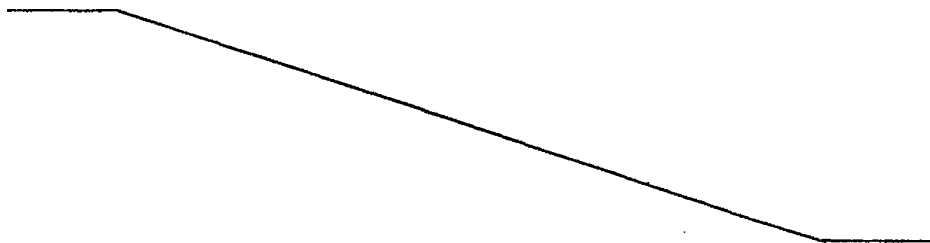
5 2^a.- Procedimiento según la reivindicación 1^a, caracterizado porque la solución de carbamato amónico es alimentada al reactor de síntesis de la urea a través de un eyector en el que el fluido motor es el amoníaco anhidro o la solución acuosa de amoníaco enviada al reactor de síntesis de la urea.

10

3^a.- Procedimiento según las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque se opera a presiones comprendidas entre 100 y 300 atmósferas.

15 4^a.- Procedimiento según las reivindicaciones 1^a y 2^a, caracterizado porque la presión de la síntesis del amoníaco se elige de 10 a 400 atmósferas superior a la presión de síntesis de la urea.

5^a.- PROCEDIMIENTO INTEGRADO DE PRODUCCION DE AMONIACO-UREA PARA LA OBTENCION DE UREA,



tal y como queda descrito y reivindicado en la presente memoria que consta de diecisiete hojas mecanografiadas por una sola cara y de una lámina de dibujos.

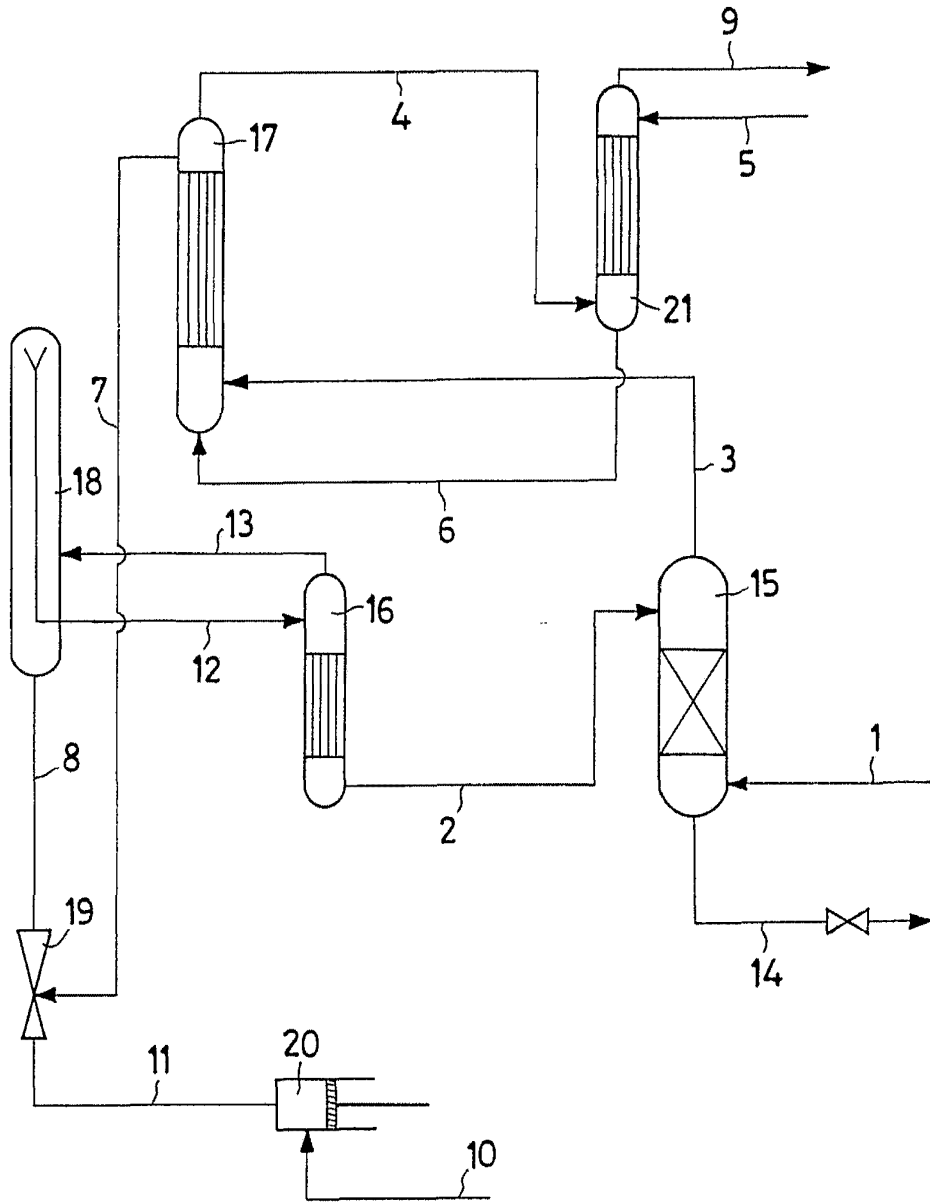
BARCELONA, 6 de Diciembre de 1977.

SNAMPROGETTI S.p.A.
P.P.
J. M. GOMEZ-ACEBO Y POMBO
p. p. Fdo. J. M. Valentín-Fernández

Valentín

[Handwritten mark]

ESQUEMA



BARCELONA, 6 de Diciembre de 1977
SNAMPROGETTI S.p.A.

J. M. GOMEZ-ACEBO Y POMBO

p. p. Fdo.: J. M. Valentín-Fernández

Valentín