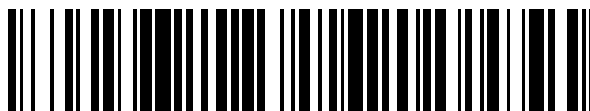


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 375 262**

51 Int. Cl.:
C07D 251/60 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **09745782 .4**
- 96 Fecha de presentación: **14.05.2009**
- 97 Número de publicación de la solicitud: **2276751**
- 97 Fecha de publicación de la solicitud: **26.01.2011**

54 Título: **PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR MELAMINA DE ALTA CALIDAD A PARTIR DE UREA.**

30 Prioridad:
14.05.2008 EP 08008958

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
28.02.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
28.02.2012

73 Titular/es:
**Urea Casale S.A.
Via Guillo Pocobelli 6
6900 Lugano-Besso, CH**

72 Inventor/es:
SIOLI, Giancarlo

74 Agente: **Arias Sanz, Juan**

ES 2 375 262 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

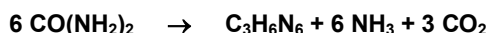
Procedimiento para producir melamina de alta calidad a partir de urea

Campo de la invención

- 5 La invención se refiere a un procedimiento para convertir urea en melamina en una fase líquida de alta presión y a un reactor o un sistema de reactores para llevar a cabo el procedimiento de la invención.

Antecedentes de la invención

Melamina (C₃H₆N₆) se produce industrialmente a partir de urea, mediante una reacción química fuertemente endotérmica, a temperatura aproximadamente 400°C, que se puede resumir como sigue:



- 10 es decir, seis moles de urea se convierten en un mol de melamina más amoníaco y dióxido de carbono. Los usuarios de melamina requieren un producto comercial de pureza muy alta, usualmente no menos del 99,8 %, de manera que el procedimiento se debe desarrollar con el fin de eliminar impurezas y evitar tanto como sea posible la formación de subproductos.

- 15 La técnica conocida básicamente proporciona dos procedimientos para llevar a cabo la reacción anterior, esto es el procedimiento de baja presión, usualmente por debajo de 10 bar (1000 kPa), y en presencia de catalizadores (procedimiento catalizado en fase gaseosa), y el procedimiento de fase líquida de alta presión, en el cual tiene lugar la conversión en fase líquida y la presión está usualmente en el intervalo desde 70 bar (7000 kPa) a 200 bar (20000 kPa). Tanto el procedimiento de baja presión como el de alta presión se conocen bien en la técnica; en los últimos años ha habido un interés creciente en el procedimiento de alta presión ya que es más sencillo y tiene menos consumo de energía.

El procedimiento de alta presión tiene lugar en una fase líquida y en el interior de un reactor apropiado. El reactor es sustancialmente un recipiente de presión, diseñado para resistir alta temperatura y alta presión, así como los problemas graves de corrosión; el reactor también está equipado con medios apropiados para suministrar la gran cantidad de calor requerido por la reacción, usualmente alrededor de 240 kJ/kg de melamina producida.

- 25 En las condiciones de estado estable, la fase líquida contenida en el reactor tiene una composición sustancialmente uniforme, usualmente 88-92 % en peso de melamina; 4-5 % en peso de precursores de melamina (que comprenden principalmente ácido cianúrico, ammelida y ammelina) y policondensados de melamina (melem, melam); 4-5 % en peso de urea no convertida, siendo debido el equilibrio al amoníaco y dióxido de carbono disueltos. Esta fase líquida generalmente se llama "fusión de melamina". Dicha fusión de melamina se recoge del reactor y se transfiere a fases posteriores para obtener melamina pura (99,8 % o más).

- 35 Se añade continuamente una corriente de urea líquida a dicha fusión de melamina (fase líquida) contenida en el reactor. También se hace burbujear algo de amoníaco gaseoso a través del líquido del reactor, con el objetivo de minimizar la posible formación de policondensados de melamina y de evitar la formación de algunos compuestos de urea que no se pueden fundir. El amoníaco sobrante también se vuelve a utilizar, fuera de la planta de melamina, para la producción de urea.

Se recogen amoníaco y dióxido de carbono en forma de una corriente gaseosa que transporta algo de melamina y precursores de melamina, que generalmente se recuperan por lavado con la alimentación del reactor de urea. Los gases desprendidos se recogen, se purifican y generalmente se recuperan como material de partida para la producción posterior de urea.

- 40 Un ejemplo de un reactor que actúa con el procedimiento de fase líquida de alta presión se describe en el documento US 4.565.867.

Los principales problemas técnicos presentados por el procedimiento de fase líquida de alta presión considerado en el presente documento se pueden resumir como sigue.

- 45 Primero, existe la necesidad de una gran cantidad de superficie de intercambio de calor para suministrar el calor de reacción relevante y se necesita un esfuerzo para obtener la mayor superficie de transferencia de calor por masa de reacción unitaria. La situación común en el estado de la técnica es que el volumen global del reactor se determine por el tamaño del intercambiador de calor, en lugar de por el tiempo de residencia requerido para llevar a cabo la conversión de urea. Otro problema es la necesidad de una dispersión buena e inmediata de urea en la fusión de melamina caliente, para evitar la formación de subproductos que no se pueden fundir; la alimentación de urea también se debe convertir tanto como sea posible, para minimizar el contenido de urea no convertida en la melamina. Además, existe la necesidad de usar de manera eficaz el amoníaco añadido, que reduce la formación de policondensados de melamina, pero se suma al gas desprendido a recuperar y se recicla al procedimiento de síntesis de urea.

- 55 Los problemas anteriores se tienen en gran medida en consideración de la alta pureza del producto final de melamina requerido y, a pesar de varios esfuerzos, el estado de la técnica no proporciona todavía una solución satisfactoria.

Compendio de la invención

El problema que subyace en la presente invención es mejorar el procedimiento de fase líquida de alta presión conocido para la conversión de urea en melamina, resolviendo los problemas enumerados anteriormente.

5 El problema se resuelve mediante un procedimiento para convertir urea en melamina a alta presión y en una fase líquida, donde una corriente líquida que comprende urea fundida se suministra a una fusión de melamina líquida donde tiene lugar la conversión, estando el procedimiento caracterizado porque:

- dicha corriente líquida que comprende urea fundida se suministra a una primera zona de reacción, donde la fusión de melamina se mantiene en agitación mecánica, y se proporciona una entrada de calor a la primera zona de reacción;

10 - se recoge una fase líquida que comprende melamina de dicha primera zona de reacción y se suministra a una segunda zona de reacción posterior, donde la fase líquida se mantiene en agitación mecánica, siendo la temperatura de la fase líquida en dicha segunda zona de reacción menor que la temperatura de la fase líquida en dicha primera zona.

15 Se debe indicar que los términos primera zona de reacción y segunda zona de reacción pueden, de acuerdo con las realizaciones de la invención, referirse a diferentes compartimentos internos o grupos de compartimentos internos de un único recipiente, o a diferentes reactores, o grupos de reactores que forman una primera fase y una segunda fase, respectivamente, para la conversión de urea en melamina. Esto se explicará adicionalmente en el presente documento más adelante con la ayuda de ejemplos.

20 La diferencia entre la temperatura en la primera zona de reacción y la temperatura inferior en la segunda zona, en una realización preferida, varía entre 40-50 °C y 60-120 °C, y es preferentemente aproximadamente 50-70 °C. Preferentemente, la temperatura de la fase líquida en la primera zona está en el intervalo entre 360 y 440 °C, más preferentemente en el intervalo entre 380 y 420 °C, mientras la temperatura de la fase líquida en la segunda zona está en el intervalo entre 320 y 390 °C, más preferentemente en el intervalo entre 330 y 350 °C.

25 De acuerdo con una realización de la invención, se proporciona una eliminación de calor de la segunda zona de reacción para obtener en dicha zona de reacción una temperatura de la masa líquida menor que en la primera zona de reacción. Por ejemplo se elimina el calor continuamente mediante un medio de enfriamiento que fluye en un serpentín u otro intercambiador de calor sumergido en la fase líquida. De acuerdo con otra realización, la masa líquida se enfría durante el paso desde la primera zona de reacción a la segunda zona de reacción, y dicha segunda zona de reacción actúa de una manera sustancialmente adiabática.

30 El suministro de calor a la primera zona de reacción se puede obtener también con un intercambiador de calor, alimentándose con un medio de calentamiento adecuado. También se puede usar un calentador eléctrico para proporcionar calor a la primera zona de reacción.

35 De acuerdo con un aspecto adicional de la invención, la presión de actuación de la segunda zona de reacción es mayor que la presión en la primera zona de reacción. En realizaciones preferidas, la primera zona de reacción está a 50 a 250 bar (5000 a 25000 kpa), más preferentemente 70 a 170 bar (7000 a 17000 kpa). mientras la segunda zona de reacción está a 100 a 300 bar (10000 a 30000 kpa) y más preferentemente a 150 A 250 bar (15000 a 25000 kpa). En otras realizaciones, la primera y segunda zona de reacción están sustancialmente a la misma presión.

40 De acuerdo con otro aspecto de la invención, la agitación mecánica se proporciona en la así llamada condición completamente sometida a deflección de la fase líquida, en al menos una de la primera y segunda zona de reacción, y preferentemente en ambas zonas. La condición completamente sometida a deflección se define como es usual en la bibliografía relacionada, ya que la condición donde la incorporación de líquido tangencial está impedida, por ejemplo mediante deflectores apropiados, y el vórtice que gira de manera cilíndrica desaparece, permitiendo la transferencia de una cantidad significativa de energía al líquido en agitación. Por ejemplo se proporciona agitación mecánica con uno o más impulsores y preferentemente la potencia de entrada desde el/los agitador(es) mecánico(s) a la fase líquida es 0,1 a 10 kW por metro cúbico de líquido desgasificado, más preferentemente 0,5 a 5 kW.

50 En un aspecto adicional de la invención, se añade amoníaco gaseoso a al menos una de la fase líquida de dicha primera zona de reacción y la fase líquida de dicha segunda zona de reacción, añadiéndose dicho amoníaco gaseoso a la misma zona donde la agitación mecánica se transfiere a dicha fase líquida, que está, por ejemplo, cerca de las paletas de giro de un agitador proporcionado para este propósito. Preferentemente, también la corriente líquida que comprende urea fundida se añade a la fase líquida en la región donde la agitación mecánica se transfiere a dicha fase líquida.

El amoníaco gaseoso se añade preferentemente a la fase líquida contenida tanto en la primera zona de reacción como en la segunda zona de reacción, cerca de las paletas (o equivalente) del agitador; se prefiere la adición de amoníaco en esta región de la fase líquida para obtener mejor mezcla del amoníaco gaseoso en el líquido.

55 Una corriente gaseosa que consta principalmente de dióxido de carbono y amoníaco, más el exceso de amoníaco añadido y algo de melamina y productos de reacción intermedios, se recoge de tanto la primera como la segunda zona de reacción. Preferentemente la corriente gaseosa de la primera zona de reacción y la corriente gaseosa de la segunda zona de reacción se mantienen separadas, es decir no están mezcladas.

60 La invención también se refiere a un reactor o un sistema de reactores adaptados para llevar a cabo el procedimiento anterior. Más en detalle, un objeto de la invención es un equipo para llevar a cabo el procedimiento anterior, que comprende al menos un recipiente de alta presión, proporcionando dicho equipo una primera zona de reacción y una segunda zona de reacción y que comprende al menos:

- un conducto de flujo adaptado para suministrar una corriente líquida que comprende urea fundida a dicha primera zona de reacción;
 - al menos un agitador mecánico que actúa en dicha primera zona de reacción y medios de calentamiento adaptados para proporcionar calor a dicha primera zona de reacción;
- 5
- un conducto adaptado para recibir la fase líquida de dicho primer espacio de reacción y suministrar dicha fase líquida al segundo espacio de reacción,
 - al menos un agitador mecánico adicional que actúa en dicha segunda zona de reacción, y medios de enfriamiento adaptados para hacer que esa temperatura de la fase líquida en la segunda zona de reacción sea menor que la temperatura de la fase líquida en la primera zona de reacción.
- 10
- En una realización, la primera y segunda zona de reacción se obtienen con al menos un primer y segundo recipiente, respectivamente. En otra realización, la primera y/o la segunda zona de reacción se definen por recipientes múltiples. Cada recipiente de una disposición de recipientes múltiples puede estar compartimentalizado adicionalmente. En otra realización, un único recipiente tiene al menos un compartimento interno que proporciona la primera zona de reacción y al menos otro compartimento que proporciona la segunda zona de reacción. Un único
- 15
- recipiente puede también comprender compartimentos múltiples, por ejemplo, en cascada, para la primera zona de reacción y/o para la segunda zona de reacción. En todas las reacciones anteriores el/los recipiente(s) puede(n) ser vertical(es) u horizontal(es). Preferentemente, cada recipiente o compartimento tiene un agitador mecánico respectivo.
- 20
- Dichos medios de calentamiento y medios de enfriamiento, en una realización, se representan por intercambiadores de calor acomodados en los recipientes o compartimentos respectivos y se suministran respectivamente con un medio de calentamiento y de enfriamiento. El medio de intercambio de calor se puede suministrar en paralelo a intercambiadores de calor respectivos de recipientes o compartimentos múltiples. En otra realización, un intercambiador de calor (refrigerador) para enfriar la fase líquida se puede instalar en dicho conducto que lleva fase líquida desde la primera a la segunda zona de reacción.
- 25
- Compartimentos múltiples dentro de un único recipiente, así como recipientes múltiples, se pueden disponer en cascada, esto es fluyendo por gravedad la fase líquida desde un compartimento o recipiente genérico al compartimento o recipiente siguiente. En realizaciones alternativas, se proporcionan medios de bombeo para suministrar el líquido entre dichos compartimentos o recipientes. En particular, si la segunda zona de reacción, o segunda fase, se desarrolla a una presión mayor que la primera fase, dicho conducto comprende una bomba.
- 30
- Ejemplos de realizaciones de un equipo para llevar a cabo el procedimiento son como sigue.
- En una primera realización, el equipo comprende dos reactores agitados separados dispuestos en cascada, a saber un primer reactor que proporciona la primera zona de reacción y un segundo reactor que proporciona la segunda zona de reacción. Cada reactor está equipado con un agitador mecánico; el primer recipiente también está equipado con un serpentín de calentamiento alimentado con un fluido de calentamiento, o eléctrico como alternativa, mientras
- 35
- el segundo recipiente está equipado con un intercambiador de calor alimentado con un fluido de refrigeración. Cuando está en funcionamiento, la urea líquida se suministra al primer reactor y la fusión de melamina líquida se pasa desde el primer al segundo reactor por gravedad o mediante una bomba de alimentación.
- 40
- En una segunda realización, el equipo comprende un único reactor horizontal, que proporciona un primer compartimento interno para la primera zona de reacción y un segundo compartimento interno para la segunda zona de reacción. Dichos compartimentos están separados mediante deflectores separados que definen un aliviadero, con un paso para la fase líquida para que fluya por gravedad desde el primer al segundo compartimento. Cada compartimento está equipado con un agitador mecánico; se acomoda un calentador en el compartimento y se acomoda un intercambiador de calor de refrigeración en el segundo compartimento. Cuando está en funcionamiento, la urea líquida se añade al primer compartimento y la fusión de melamina pasa al segundo compartimento mediante
- 45
- dicho aliviadero y paso.
- En una tercera realización, el equipo comprende una cascada de reactores verticales agitados, teniendo cada uno un recipiente separado. Tres reactores verticales por ejemplo proporcionan la primera zona de reacción (primera fase) y dos reactores verticales adicionales forman la segunda zona de reacción (segunda fase). Cada reactor está equipado con un agitador mecánico interno respectivo y un intercambiador de calor, proporcionando o eliminando
- 50
- calor respectivamente en los reactores de la primera o segunda fase. Un medio de calentamiento y un medio de enfriamiento se suministran y se recogen en paralelo a / de intercambiadores de calor de la primera y segunda fase. Se suministra urea líquida a la parte superior del reactor de la primera fase y la fusión de melamina pasa desde el último reactor de la primera fase al primer reactor de la segunda fase, por gravedad o con una bomba de alimentación.
- 55
- En una cuarta realización, el equipo comprende dos reactores horizontales de compartimentos múltiples, comprendiendo el primer reactor una cascada de compartimentos múltiples que proporcionan la primera zona de reacción y proporcionando el segundo reactor una cascada de compartimentos múltiples para la segunda zona de reacción. Cada compartimento individual está equipado con un agitador mecánico y un intercambiador de calor respectivo, suministrando o eliminando calor respectivamente en la primera y segunda zona o fase de reacción. Se
- 60
- suministra urea al compartimento superior del primer reactor.
- En una quinta realización, el equipo comprende un único recipiente horizontal que comprende una cascada de compartimentos múltiples, en los que un primer grupo de dichos compartimentos forman la primera fase, es decir, proporcionan la primera zona de reacción, y un segundo grupo de dichos compartimentos forman la segunda fase, es decir proporcionan la segunda zona de reacción. Cada compartimento tiene un agitador y un intercambiador de
- 65
- calor, como se ha descrito anteriormente.

Como es evidente para los expertos en la técnica, son posibles otras realizaciones equivalentes, con recipientes múltiples, recipientes compartimentados o cualquiera de sus combinaciones.

En todas las realizaciones anteriores, se proporciona un suministro adicional de amoníaco preferentemente a la fase líquida contenida en todos los reactores o compartimentos de la primera fase. Cuando se proporcionan reactores o compartimentos múltiples, preferentemente se añade amoníaco en paralelo a cada uno ellos; se recogen amoníaco gaseoso y dióxido de carbono de la parte superior de todos los reactores o compartimentos, según sea el caso.

En aquellas realizaciones donde se obtienen la primera y segunda zona de reacción con recipientes de presión separados, la segunda zona se puede hacer funcionar de manera ventajosa a una presión mayor que la primera zona. En este caso, se proporciona una bomba para proporcionar la fusión de melamina líquida desde la primera fase a la segunda fase. Por ejemplo, en una variante de la primera realización como se ha descrito anteriormente, el segundo reactor se hace funcionar a una presión mayor y se bombea el líquido, en lugar de fluir por gravedad, desde el primer al segundo reactor.

Los agitadores mecánicos están preferentemente impulsados con un propulsor eléctrico, que es *per se* conocido, para evitar el problema de sellado de los agitadores. Para promover la condición completamente sometida a deflexión con deflectores de la fase líquida, cada uno de dichos recipientes, o cada uno de dichos compartimentos, se proporciona con deflectores verticales internos, para impedir la rotación de la masa líquida agitada, que potencia el efecto cizalla del impulsor y por lo tanto las velocidades de transferencia de masa y de calor. Todavía en realizaciones preferidas, la urea fundida se suministra cerca y por encima de las paletas del impulsor de la primera fase, mientras se añade amoníaco gaseoso por debajo de las paletas de los impulsores de la primera y segunda fase.

El procedimiento de conversión se ha encontrado sorprendentemente eficaz. Debido a la agitación mecánica y al suministro de urea fundida a la primera fase, la urea fundida se dispersa en la masa de reacción de una manera muy eficaz e instantáneamente, evitando la formación de productos que no se pueden fundir. Además, también el amoníaco añadido se distribuye en la masa de reacción de una manera altamente eficaz, debido al suministro en la región donde la agitación mecánica se imparte a la masa líquida y la propia masa líquida está en agitación intensa, obteniendo de esta manera una mayor interfase gas - líquido que en el estado de la técnica, maximizando la transformación de los precursores de melamina en melamina, y minimizando la formación de policondensados de melamina, con el resultado de producir una fusión de melamina altamente concentrada en melamina.

El intercambio de calor en la parte secundaria del procedimiento, que está usualmente limitando el suministro de calor global a la masa de reacción, se potencia sustancialmente, reduciendo la extensión de la superficie de intercambio de calor y el volumen del reactor a igualdad de la conversión de urea por unidad de tiempo.

El grado de conversión de urea, sin cambiar la temperatura de operación con respecto a la técnica conocida, se incrementa y como se mostrará de aquí en adelante en el presente documento, se puede llevar a cabo hasta la finalización práctica.

El resultado es la ausencia casi completa de derivados de urea que no se pueden fundir, un suministro de calor muy intenso, debido a un coeficiente de transferencia de calor de la parte secundaria del procedimiento más de dos veces la obtenida con el mejor empuje de gas, un contacto muy eficaz de amoníaco con el líquido de reacción, donde el área interfacial por unidad de volumen es al menos diez veces la creada por la tasa de gasificación dirigida por gravedad simple, en los reactores del estado de la técnica.

La invención permite obtener mayor pureza del producto final de melamina y, por lo tanto, un producto más valioso.

La invención se describe ahora en mayor detalle con referencia a realizaciones preferidas y no limitantes y con la ayuda de los dibujos.

Breve descripción de los dibujos

Fig. 1 es un diagrama de bloque de un procedimiento para convertir urea en melamina de acuerdo con la invención.

Fig. 2A es un esquema de un equipo de acuerdo con una realización de la invención, que comprende una cascada de dos reactores agitados para una primera fase y una segunda fase de conversión de urea en melamina.

Fig. 2B es una variante del esquema Fig. 2A, donde el segundo reactor se hace funcionar a una presión mayor que el primer reactor.

Fig. 3 es un esquema de una segunda realización que proporciona un único reactor, horizontal con dos compartimentos internos agitados.

Fig. 4 es un esquema de una tercera realización que proporciona una cascada de reactores agitados.

Fig. 5 es un esquema de una cuarta realización que proporciona dos reactores horizontales, de compartimentos múltiples agitados.

Fig. 6 es un esquema de una quinta realización que proporciona un único reactor, horizontal con compartimentos múltiples para tanto la primera como la segunda fase de conversión de urea en melamina.

Descripción detallada de la invención

En relación a la Fig. 1, una conversión de fase líquida de alta presión de urea en melamina se lleva a cabo con una primera etapa en una primera zona de reacción S1, seguida de una segunda etapa en una segunda zona de reacción S2. Se suministra una corriente líquida 100 que comprende urea fundida a la primera zona S1, donde se mantiene una fusión de melamina en fase líquida en agitación mediante un agitador adecuado M1. Se añade una corriente de amoníaco gaseoso 101 a dicha zona de reacción S1. Una entrada de calor Q1 también se proporciona a dicha zona de reacción S1 mediante medios apropiados, por ejemplo, un calentador eléctrico o un intercambiador de calor alimentado con un medio de calentamiento, para mantener la reacción endotérmica de conversión de urea en melamina.

La fase líquida, que contiene melamina, se recoge de la zona de reacción S1 y se pasa a la segunda zona de reacción S2 mediante el conducto 103. La temperatura de la fase líquida en la segunda zona de reacción S2 es menor que la temperatura de la fase líquida en la primera zona S1; la presión de la zona S2 puede ser sustancialmente la misma o más alta y, en este último caso, se proporciona una bomba sobre el conducto 103. La fase líquida en la segunda zona S2 se mantiene en agitación mediante un agitador adecuado M2, y se retira un calor Q2 de dicha segunda zona S2, por ejemplo, mediante un intercambiador de calor alimentado con un medio de refrigeración. La segunda zona S2 también recibe amoníaco gaseoso 104. En otra realización (no mostrada), el calor Q2 se puede retirar de la ruta del conducto 103, por ejemplo, mediante un intercambiador de calor entre las zonas S1 y S2, actuando entonces la zona de reacción S2 en régimen adiabático.

Por ejemplo, la primera zona S1 se desarrolla a aproximadamente 380 - 420 °C y 70 - 170 bar (7000 - 17000 kPa); la segunda zona S2 se desarrolla a una temperatura inferior, por ejemplo, 330 - 350 °C; la presión en la segunda zona S2 es la misma o más alta.

La melamina líquida de alta pureza se obtiene en 106, mientras la fase gaseosa, que consta principalmente de amoníaco y dióxido de carbono, se purga de las zonas de reacción S1 y S2 mediante los conductos 102 y 105 respectivamente.

La primera zona de reacción S1 y la segunda zona de reacción S2 se pueden obtener con recipiente de reactor de alta presión agitado y/o compartimentos múltiples agitados de un recipiente de reactor mayor. Algunas realizaciones preferidas se presentan más abajo con relación a las Figs. 2A, 2B y 3 a 6.

Primera realización

Con relación a la Fig. 2A, las zonas de reacción S1 y S2 se obtienen con un primer recipiente agitado 1 y un segundo recipiente agitado 11 conectado mediante un conducto de fusión de melamina 9. El suministro de urea fundida 100 se introduce mediante un conducto de urea 5 en el primer recipiente 1. Se añade además amoníaco (corrientes 101, 104 de Fig. 1) mediante los conductos 6 y 16 a la fase líquida en ambos recipientes 1 y 11. Los productos gaseosos, que comprenden principalmente amoníaco y CO₂, se recogen en los conductos 10 y 20, respectivamente. Fusión de melamina se obtiene en el conducto 19, es decir, en la salida del segundo recipiente 11.

El recipiente 1 se proporciona con un impulsor mecánico 2, y deflectores verticales 3 para mantener la agitación de la fase líquida. El impulsor 2 tiene un motor de propulsión 2a y un eje 2b que se extiende dentro del recipiente 1. Dichos deflectores 3 son apropiados para realizar "condición completamente sometida a deflexión", donde se impide el arrastre tangencial de líquido y desaparece el vórtice de giro cilíndrico desaparece, permitiendo la transferencia de una cantidad significativa de potencia al líquido en agitación. El impulsor 2 puede ser por ejemplo una turbina o un impulsor; sin embargo se prefiere una turbina de paletas planas. El impulsor 2 es preferentemente una máquina accionada magnéticamente, que elimina el problema de sellado del eje de propulsión.

El recipiente 1 también se proporciona con serpentines de transferencia de calor 4, que se pueden realizar como tuberías cruzadas internamente por un fluido caliente, como por ejemplo por una corriente de sales fundidas, suministradas por una tubería 7 y descargadas por una tubería 8, o como un calentador eléctrico en forma de serpentín. Con el fin de explotar de manera eficaz las condiciones de transferencia de calor, en relación con la agitación mecánica, el ensamblaje de serpentines no debe impedir la circulación de líquido impartida por un agitador, y por lo tanto la potencia de entrada a la fase líquida. Algunos expedientes se recogen de los mismos, como por ejemplo manteniendo el banco de serpentines exterior suficientemente lejos de la carcasa del recipiente, manteniendo un espacio libre razonable entre dos bancos de serpentines adyacentes y entre serpentines sucesivos, no escalonando los serpentines, limitando el número de bancos hasta no más de tres o cuatro.

La corriente de urea fundida 100 puede contener también algo de melamina y precursores de melamina, recuperados mediante lavado de los gases desprendidos de la reacción con urea reciente, como es costumbre en muchos procedimientos de la técnica conocida. En una realización preferida, el extremo abierto de la tubería de urea 5 se localiza cerca de la proximidad de la parte superior central del impulsor del agitador 2, como se muestra; de esta forma, tan pronto como la urea llega a la parte superior del impulsor 2, se dispersa inmediatamente en el interior de la fase líquida presente en el recipiente 1.

Una realización preferida proporciona el aislamiento de la tubería de urea 5. Dicho aislamiento se puede proporcionar por ejemplo con una capa térmica no conductora, o con una camisa de tubería llena con tierra de diatomeas o semejantes, o mediante una camisa de tubería a vacío, o mediante la circulación en la camisa de un fluido apropiado con baja conductividad al calor, como por ejemplo un gas o vapor sobrecalentado.

Se suministra amoníaco gaseoso precalentado mediante el conducto 6, preferentemente con un amoníaco que alimenta la tubería que se extiende en el interior del recipiente 1 hasta la parte inferior, central del impulsor del agitador. Tan pronto como el amoníaco llega a la parte inferior del impulsor del agitador, se subdivide inmediatamente en gotitas muy finas y se dispersa dentro de la fase líquida presente en el recipiente 1. En las condiciones de funcionamiento la potencia de accionamiento para la fase mezclada en el recipiente será de 0,2 a 2

HP/metro cúbico (0,149 a 1,49 Kw/metro cúbico) de un líquido desgasificado, con preferencia hasta un valor de aproximadamente 1 HP/m³ (0,745 Kw/m³).

5 La posición descrita anteriormente de extremo de tubería de urea 5 y tuberías de amoníaco gaseoso 6 y 16, cerca de las paletas del impulsor 2, hace que la urea y amoníaco gaseoso se añadan en la región del líquido donde la agitación mecánica, mediante dicho impulsor 2, se transfiere al mismo líquido.

10 La fase gaseosa desprendida en el recipiente 1, debido a los productos de reacción CO₂ y NH₃, más el exceso de NH₃ inyectado que lleva también algo de melamina y productos de reacción intermedios, se incorpora en el flujo mediante dicho conducto 10. La fase líquida del mismo recipiente 1 se transfiere al segundo recipiente 11, en el que tiene lugar la segunda fase de conversión. La transferencia se puede realizar simplemente por flujo por gravedad a través de una tubería de rebosamiento 9, aunque cualquier otro medio 5, como una descarga a través de un dispositivo de control de nivel o mediante una bomba de transferencia se pretende que sea equivalente.

El recipiente 11 también está en agitación en condiciones completamente sometidas a deflexión mediante un impulsor 12 y deflectores 13; sin embargo el volumen de la segunda zona de reacción S2 puede ser diferente del volumen de la primera zona de reacción S1.

15 Se proyecta un serpentín 14 dentro del recipiente 11 para eliminar calor, controlando la temperatura del contenido del recipiente preferentemente en el intervalo entre 310 y 350°C. Dicho serpentín 14 sigue el mismo criterio, en relación con el agitador 12, ya indicado para el serpentín 4. Un medio de enfriamiento entra en el serpentín 14 mediante el conducto 17 y sale en el conducto 18.

20 Se introduce amoníaco en el recipiente 11 mediante la tubería 16, preferentemente debajo del centro de las paletas del impulsor 12 como se observa en el recipiente 1. Esto da como resultado una subdivisión y dispersión muy fina de amoníaco dentro de la fase líquida, teniendo cuidado de recuperar melamina por aminación de policondensados de melamina. Al mismo tiempo el amoníaco depura muy eficazmente los productos volátiles residuales y el dióxido de carbono de la fusión de melamina, que sale del recipiente de la tubería de rebosamiento 19, o a través de un dispositivo de control de nivel, o de una bomba de transferencia.

25 La fase gaseosa que se desprende del recipiente 11 se descarga mediante el conducto de flujo 20, que se puede conectar o no igualmente al conducto 10 que recupera la corriente de gas del primer recipiente 1.

30 En una realización alternativa (Fig. 2B), la presión operativa del recipiente 11 es mayor que la presión del recipiente 1. Después se proporciona una bomba 15 sobre el conducto de flujo 9 para alcanzar la presión de la fase líquida tomada del primer recipiente 1. El control de la velocidad de bombeo se puede hacer manteniendo constante el nivel de líquido dentro del recipiente 1, mientras el control de presión dentro de los recipientes 1 y 11 se obtiene controlando los flujos de gas descargados mediante los conductos 10 y 20.

35 En una alternativa adicional (no mostrada) el intercambiador de calor por enfriamiento 14 se reemplaza por un refrigerador de fusión de melamina proporcionado en el conducto 9, asegurando que la temperatura dentro del reactor 11 de la segunda fase y después en la segunda zona de reacción, es menor que la temperatura en el reactor 1 de la primera fase.

Segunda realización

40 El procedimiento se lleva a cabo en un único recipiente, con el fin de compactar el equipo y ahorrar gastos de construcción. En particular, las dos fases de reacción se efectúan dentro de dos compartimentos C1 y C2 de un único, recipiente horizontal de presión 21. Los dos compartimentos C1 y C2 corresponden a las zonas de reacción S1 y S2; pueden diferir en volumen, aunque tienen la misma sección transversal, ocupando una longitud diferente del recipiente horizontal 21. Un deflector 22 separa los dos compartimentos, aunque no cerrando completamente la sección transversal del recipiente 21 y dejando un paso en la parte inferior relativamente pequeño 26.

45 Por simplicidad, los artículos equivalentes a los de la primera realización de las Figs. 2A y 2B están indicados con los mismos números. Cada compartimento C1, C2 se proporciona con un agitador mecánico, respectivamente 2 y 12. Cada compartimento también se proporciona con deflectores, respectivamente 3 y 13, para realizar la "condición completamente sometida a deflexión" como se ha descrito anteriormente. Se suministra calor al primer compartimento C1 mediante un serpentín 4, mientras que en el segundo compartimento se enfría por un serpentín 14. Se suministra urea fundida al primer compartimento del recipiente 1 por una tubería de urea con camisa 5, con el puerto final localizado por debajo y cerca de las paletas del impulsor 4. Se suministra también amoníaco por debajo de los impulsores del agitador 2, 12 por las tuberías 6 y 16.

55 La fusión de melamina formada en el primer compartimento C1 rebosa sobre un aliviadero 29 y pasa al segundo compartimento C2 a través de dicho paso en la parte inferior 26. Después de enfriarse por el serpentín 14 y de ponerse en contacto de manera eficaz con el suministro de amoníaco por tubería 16 en el segundo compartimento C2, en condiciones sustancialmente equivalentes a las descritas para la Fig. 2A, el producto líquido rebosa sobre un aliviadero 25, y se descarga desde el recipiente 21 por la tubería 19. Los gases producidos en los dos compartimentos C1 y C2 se recogen por medio de las tuberías 10 y 20 y se sitúan fuera.

Tercera realización

60 En esta realización, la primera y la segunda zonas de reacción se obtienen con múltiples reactores agitados dispuestos en cascada o en serie. La ventaja es que, a igualdad de capacidad de producción de planta, se logra la misma finalización de la reacción en un volumen de líquido total reducido. El número de recipientes en serie que constituyen cada fase se puede limitar de manera conveniente a dos o tres ítems.

Con relación al ejemplo de la Fig. 4, se forma una primera fase por los recipientes 31A, 31B y 31C en cascada y se forma una segunda fase por dos recipientes 32A y 32B también en cascada. Los tres recipientes 31A a 31C proporcionan la primera zona de reacción S1 y realizan el mismo procedimiento que el reactor 1 en la Fig. 2A; los dos recipientes de la segunda fase proporcionan la segunda zona de reacción S2 y realizan el mismo procedimiento que el reactor 11 en la misma Fig. 2A. El suministro de urea fundida 100 entra en el primer recipiente 31A mediante una tubería 33, mientras se suministra el amoníaco gaseoso y se subdivide en todos los recipientes de la serie en 34A, 34B, 34C y respectivamente, 35A y 35B.

El fluido de calentamiento para la primera fase de reacción se lleva en 36, mientras que el fluido de refrigeración a la segunda fase está disponible en 37. El producto de reacción final se descarga mediante la tubería 38, el gas desprendido se recoge por la tubería 30 de todos los reactores de la primera y segunda fase. La fusión de melamina pasa desde la primera fase a la segunda fase mediante el conducto de flujo 39. También se proporcionan conductos intermedios de líquido entre los reactores de la primera y segunda fase, como se muestra. Todos los reactores están equipados con un intercambiador de calor y un impulsor, con los detalles de acuerdo con la primera realización como se ha descrito anteriormente. Fig. 4 muestra el impulsor 2 y el serpentín de calentamiento 4 del recipiente 31A y el serpentín 14 del recipiente 32A.

Las series de recipientes se pueden realizar en forma de cascada como en la Fig. 4, transfiriendo el líquido desde cada reactor al siguiente por flujo gravitatorio, o en serie con transferencia líquida por otros medios tales como bombas.

Cuarta realización

En esta realización adicional, cada reactor agitado es un recipiente de compartimentos múltiples, horizontal. Un recipiente, cilíndrico, horizontal 41, que lleva a cabo la primera fase de reacción, se reparte en cámaras o compartimentos consecutivos C1A, C1B y C1C, separados por estructuras como F1A y F1B permitiendo que la fase líquida se transfiera de una cámara a la siguiente mediante un rebosamiento simple en la parte superior de dichas estructuras F1A, F1B. Cada una de dichas cámaras o compartimentos C1A, C1 B y C1C está equipado con un impulsor respectivo 2 para la agitación mecánica de la fase líquida.

La urea fundida suministrada 100 entra mediante la tubería de urea 43 en la primera cámara C1A, mientras se descarga el producto, rebosando desde la última cámara del recipiente. El gas desprendido, que se recoge de las diversas cámaras en la parte superior del recipiente 41, se descarga de la tubería 40. Se introduce amoníaco por las tuberías 44A, 44B y 44C debajo de los impulsores de los agitadores instalados en cada compartimento, como se muestra, y se dispersa finamente en la fase líquida. La fusión de melamina líquida se transporta al recipiente de segunda fase 42 mediante el conducto 49. Dicho segundo recipiente 42 está dividido internamente en dos cámaras consecutivas por una estructura F2A. Se introduce amoníaco por las tuberías 45A y 45B. El producto final líquido se descarga por la tubería 48 desde la última cámara de recipiente 42, mientras que se purga el exceso de amoníaco de una tubería 40b.

En una variante adicional, la segunda fase de reacción se puede hacer funcionar a una presión mayor con respecto a la primera, insertando una bomba en el conducto 49.

Quinta realización

En caso de que las dos fases de reacción se hagan funcionar a la misma presión, el procedimiento completo se puede desarrollar en un único recipiente. Un ejemplo se muestra en la Fig. 6, donde un recipiente horizontal 51 está separado internamente en una cascada de cámaras o compartimentos consecutivos C1A a C2B como ya se describió en relación a la Fig. 4, con el fin de permitir que la fase líquida se mueva desde la primera a la última cámara rebosando a través de los aliviaderos de degradación.

Una estructura 55 separa los compartimentos de primera fase C1A a C1C desde los compartimentos de segunda fase C2A y C2B, dejando un paso relativamente pequeño 56 para la fase líquida. La urea fundida 100 se suministra a la primera cámara por una tubería 52, mientras que se suministra amoníaco en todas las cámaras por las tuberías 53A, 53B y 53C por debajo de los impulsores de agitador correspondientes. Se distribuye un suministro de fluido de calor a los intercambiadores de calor respectivos de los compartimentos C1A-C1 C por la tubería 54A; se distribuye un fluido de refrigeración por la tubería 54B a los intercambiadores de calor de los compartimentos C2A y C2B. El gas desprendido se administra por una tubería 57, el exceso de amoníaco por 58. El producto líquido final está disponible en 59.

Cada compartimento del recipiente 51 tiene un impulsor y un intercambiador de calor respectivos, suministrando calor en la primera fase y eliminando calor en la segunda fase; por simplicidad. Fig. 6 muestra el impulsor 2 y el serpentín de intercambiador de calor 4 del primer compartimento C1A.

Se debería indicar que los detalles de construcción descritos para la primera realización son aplicables también a todas las otras realizaciones, como es evidente para los expertos en la técnica, especialmente en relación a los impulsores 2, 12 y a los serpentines 4, 14. Como se ha establecido anteriormente, son posibles realizaciones adicionales con cualquier combinación de recipientes individuales o de recipientes de compartimentos múltiples.

Ejemplos

Los siguientes ejemplos detallados se pretenden mostrar mejor como se puede poner en práctica la invención, y sus ventajas, pero no se deben interpretar como limitantes de su alcance.

Ejemplo 1

Una unidad comercial, tomada como referencia, produce anualmente 30.000 toneladas de melamina. Se basa en una sección de conversión de urea compuesta por tres ítems de equipo, a saber un reactor principal, provisto de serpentines internos que suministran el calor necesario a la reacción endotérmica de urea, un depurador de gas desprendido, para la recuperación de melamina por la urea fundida formada, un post-reactor para la finalización de la conversión de urea.

El reactor es un recipiente alargado, cilíndrico, vertical, que tiene 1300 mm de diámetro interior, equipado internamente con:

- tubo matriz, coaxial con la carcasa del reactor y que determina con un espacio anular donde están localizados los serpentines de transferencia de calor,
- serpentines de transferencia de calor, constituidos por cuatro ensamblajes de serpentines de tubería de 2" (5,08 cm), comprendiendo cada uno cuatro bancos de serpentines coaxiales, para un total de superficie de intercambio de calor de 170 m²,
- tubería de suministro de urea, una tubería profunda con boquilla terminal, de diseño especial para evitar el atasco total debido a la tendencia de la urea a formar cuerpos sólidos a alta temperatura,
- lavador de amoníaco, localizado cerca de la parte inferior del reactor, que distribuye amoníaco en la base del espacio anular ocupado por los serpentines, para generar una circulación natural, hacia arriba de la fusión de melamina contenida en el reactor, que se lleva para atravesar los serpentines de intercambio de calor,
- zona de evacuación de gas, localizada en el extremo superior del recipiente, donde el desprendimiento de gas, constituido por amoníaco y dióxido de carbono, se separa de la fusión, que rebosa hacia el recipiente del post-reactor.

El volumen del reactor total es 14,2 m³, de los que 11,2 de volumen neto están ocupados por la fase líquida, de manera que el tiempo de residencia calculado como relación entre dicho volumen neto y el flujo de entrada de urea de 9,3 m³/h supone 1,2 horas. La temperatura es 410°C, la presión está en el intervalo de 100 bar (10000 kPa).

Los serpentines se alimentan con una mezcla de sales fundidas, que entran a 470 °C.

El recipiente del post-reactor tiene un volumen de 6 m³, en el que la fusión de melamina que llega del reactor principal, evaluada en 2,7 m³/h reales, permanece aproximadamente 2,2 horas, sometida a burbujeo de amoníaco, antes de suministrarse a la sección de inactivación y purificación siguiente.

La fusión de melamina del reactor tiene una pureza de aproximadamente el 88 % en peso, con algo de urea al 5 % sin reaccionar, algo de precursores y derivados de melamina al 5 %, siendo el equilibrio gases disueltos. En la salida del post-reactor urea y otras impurezas orgánicas están aproximadamente reducidas a la mitad en concentración.

Esta situación de referencia se compara con los resultados de una unidad de demostración, basada en la presente invención y siguiendo la configuración de la Fig. 2A, donde los dos recipientes agitados en serie, ítems 1 y 11, separando en dos fases la reacción de urea a la melamina, se pueden considerar como correspondientes al reactor principal y al post-reactor de la planta comercial descrita.

La demostración se llevó a cabo por medio de un único recipiente, simulando a su vez la primera y, respectivamente, la segunda fase de reacción. Las características del recipiente son:

- recipiente de presión, cilíndrico, vertical con extremos cóncavos, de 1200 mm de diámetro interior,
- agitador accionado mecánicamente, axial al recipiente, equipado con dos turbinas de seis paletas planas,
- cuatro deflectores verticales localizados en la pared del recipiente, fijados a 90° unos con respecto a otros,
- serpentines de tubería de 1" (2,54 cm) sobre 4 bancos concéntricos para una superficie total de 36 m², atravesados por sales fundidas,
- tubería profunda para la introducción de suministro de líquido, que termina inmediatamente por encima de la turbina superior, en la proximidad del eje del agitador,
- tubería profunda que lleva suministro de amoníaco inmediatamente debajo del centro de la turbina inferior,
- puerto de carga de sólidos, localizado en el extremo del recipiente superior,
- tubería de purga del recipiente en correspondencia con el extremo superior del recipiente, que descarga la fase gaseosa,
- tubería de rebosamiento, equipada con aliviadero de rebosamiento, para descargar el producto líquido.

El volumen total del recipiente era 2,8 m³, mientras que el volumen neto que abandona el líquido, después de la deducción del volumen de los serpentines, era 1,9 m³.

Aunque se mantiene una temperatura constante de 410°C controlando el flujo de sal fundida, a una presión de 110 bar (11000 kPa) controlada mediante regulación de la descarga de gas, el flujo de urea se ha incrementado etapa a

etapa, hasta obtener, en la salida de reactor, una concentración residual del 5 % de urea no convertida. En tales condiciones, 4350 kg de urea, corresponden a 3,6 m³/h, donde se suministran de forma estable al reactor.

El flujo de amoníaco, precalentado a 200°C, era 460 kg/h. El flujo de calor transferido, con enfriamiento de sal fundida ente 470 y 430°C, estaba en el intervalo de 1,5 millones de kcal/h.

- 5 Después de haber parado la reacción, el nivel de líquido caído, que indica que la cantidad de líquido constante, en condiciones de agitación reales, estaba ocupando solamente el 91,5 % del volumen inicial, dando cuenta de un volumen líquido neto real de 1,74 m³ y demostrando la existencia de un área interfacial extendida. El resultado fue que la configuración seleccionada del reactor agitado está potenciando tanto la transferencia de calor como la de masa, reduciendo el tiempo de residencia de urea, a igualdad de grado de conversión, por debajo del 50 % en comparación con la técnica conocida.

Ejemplo 2

La conversión de urea en melamina se demostró en un tren de reactores completamente sometidos a deflexión a escala piloto.

- 15 El tren de reactores comprendía 5 reactores de tanques agitados del mismo tamaño, teniendo cada uno las siguientes características:

- recipiente cilíndrico, vertical con extremos cóncavos;
- presión de diseño 180 bar (18000 kPa), temperatura de diseño 430 °C;
- 700 mm de diámetro interno, 600 litros de volumen total;
- 20 - agitador vertical basado en una única turbina de 6 paletas planas que gira a 400 rpm, sistema de propulsión magnético,
- 4 deflectores localizados en la pared del recipiente y fijados a 90° unos con respecto a otros;
- superficie de intercambio de calor en forma de serpentín helicoidal de tubería de 1" (2,54 cm), distribuida en dos bancos coaxiales de un total de superficie de intercambio de calor de 8 m²;
- 25 - conexiones de conducción como sigue: tubería de suministro de líquido, en forma de tubería profunda que se extiende dentro del reactor hasta en la vecindad de la cara superior de la turbina del agitador, tubería de suministro de amoníaco, que termina inmediatamente por debajo de la turbina del agitador, tubería de rebosamiento de líquidos, determinando el nivel de líquido en el interior del recipiente, tubería de purga de gas, conexión de reducción que da la posibilidad de vaciar el recipiente, cuando se requiera;
- 30 - calentamiento eléctrico externo, que evita que la pared interna del reactor se enfríe por debajo de 350-360 °C en caso de arranque, o cierre, o de operación no constante;
- elementos de percepción de temperatura y presión, para proporcionar las señales de salida que permiten que se controlen la temperatura y presión del reactor.

- 35 Los cinco reactores se conectaron en cascada, en series de flujo líquido, como se muestra en la Fig. 4 en este documento, significando esto que el líquido que rebosa del primer reactor se hizo pasar directamente por flujo gravitatorio al segundo reactor, localizado en un nivel inferior, el líquido del segundo al tercero, continuando entonces con la misma modalidad hasta la descarga del 5° reactor.

Las conexiones de purga de los reactores se recogieron en un cabezal común, que termina en una tubería donde el control de presión del sistema se efectúa sobre la corriente resultante.

- 40 Los serpentines de los tres primeros reactores se conectaron en paralelo a un cabezal que distribuye un flujo de sal fundida, suministrada a los serpentines a 470 °C. Los serpentines de los últimos dos reactores se conectaron en paralelo a un cabezal que distribuye la sal fundida a 340 °C.

- 45 La urea fundida, distribuida por una planta de producción de urea localizada en la vecindad, se suministró al primer reactor, por su tubería profunda de entrada. El gas amoníaco, de la misma planta, se suministró, sometido a control de flujo especializado y después de un precalentamiento adicional, a todos los 5 reactores, por tuberías que se extienden hasta el centro de la cara inferior de cada turbina de agitador.

En condiciones de estado estable, con temperatura a 400 °C en el segundo y tercer reactor y presión del sistema a 150 bar (15000 kPa), la afluencia de urea al primer reactor se ajustó a hasta 3000 kg/h. El flujo de amoníaco a cada reactor se controló a 100 kg/h.

- 50 El tiempo de residencia referido a urea estaba en el intervalo de 10 minutos solamente por reactor. A pesar del volumen del reactor sustancialmente reducido, en comparación con la técnica conocida, el flujo que rebosa del tercer reactor estaba demostrando una completa conversión de urea, estando prácticamente sin urea por análisis. Al mismo tiempo los intermedios de la reacción residual, tales como oxiamino-triazinas, estaban totalmente convertidos a melamina.

- 55 Con la configuración seleccionada, la fusión de melamina que atraviesa los últimos reactores se pone en contacto de una manera muy eficaz con amoníaco mediante la acción de los agitadores mecánicos respectivos, obteniendo la eliminación del dióxido de carbono residual por destilación y una recuperación razonable de melamina a partir de

compuestos policondensados, como melem, melam, melón. La temperatura se aproxima a la temperatura de sal fundida de 340 °C.

- 5 Con la configuración del tren de reactores ejemplificado y las condiciones de funcionamiento, a pesar del tiempo de residencia relativamente corto dado al reactivo, la fusión de melamina obtenida es más bien melamina pura, en la que las impurezas, incluidas urea, dan cuenta en su totalidad de algunas décimas de un uno por ciento solamente. La fusión está preparada para suministrar melamina altamente pura después de la solidificación apropiada en forma de cristales, manejados siguiendo las técnicas de separación conocidas.

Ejemplo 3

- 10 Una instalación de demostración, que funciona en una escala similar al ejemplo precedente, se realizó por medio una versión horizontal de reactores sometidos completamente a deflección en serie. Los tres primeros reactores se habían acoplado en un único recipiente de presión horizontal, mientras dos reactores adicionales constituían la fase del segundo reactor, acoplado en un segundo, único recipiente horizontal. La configuración era entonces como en la Fig. 5 en este documento, con la diferencia que se instaló una bomba entre las dos fases de reacción consecutivas, como en la Fig. 1B.

- 15 Los recipientes horizontales son de 900 mm de diámetro interno y se subdividen en compartimentos de 850 mm de longitud. El primer compartimento de cada recipiente tiene un aliviadero de rebosamiento de 750 mm de altura, mientras que cualquier compartimento sucesivo tiene un aliviadero 25 mm menor.

- 20 El ensamblaje de serpentines de 1" (2,54 cm) en compartimentos del primer recipiente comprende 4 bancos coaxiales. La superficie de intercambio de calor total es de 7,3 m² cada compartimento. Los ensamblajes de serpentines en los compartimentos del segundo recipiente son de dos bancos solamente, dando como resultado una superficie de intercambio de calor de 4 m² cada compartimento.

La turbina del agitador giraba a 450 rpm, accionada por un motor eléctrico.

Se instalaron deflectores de 80 mm de anchura en las paredes de partición verticales y en las paredes curvadas.

- 25 La primera fase se manejó a 400°C, a presión 100 bar (10000 kPa), mientras la segunda se manejó a 150 bar (15000 kPa). El flujo de fusión de urea era 3000 kg/h, como en el Ejemplo 2 anterior. La sal fundida se agregó en paralelo a los serpentines del primer recipiente a 470°C, mientras que se agregó en paralelo a los serpentines del segundo recipiente a 335 °C. La fusión de melamina rebotó del segundo recipiente a aproximadamente 340 °C.

El tiempo de residencia en el primer recipiente de reacción, calculado como la proporción entre el volumen de líquido real, no desgasificado (1100 litros) y el flujo volumétrico de fusión de urea (2500 litros/h) era menor de media hora.

- 30 Muestras de líquido del primer reactor y del segundo reactor, a pesar de la presión menor en la primera fase de la reacción, eran muy similares a las del Ejemplo 2 anterior.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para convertir urea en melamina a alta presión y en una fase líquida, donde una corriente líquida (100) que comprende urea fundida se suministra a una fusión de melamina líquida, donde tiene lugar la conversión, estando el procedimiento caracterizado porque:
- 5 - dicha corriente líquida que comprende urea fundida (100) se suministra a una primera zona de reacción (S1), donde la fusión de melamina se mantiene en agitación mecánica, y una entrada de calor (Q1) se proporciona a dicha primera zona de reacción (S1);
- 10 - una fase líquida (103) que comprende melamina se toma de dicha primera zona de reacción (S1) y se suministra a una segunda zona de reacción posterior (S2), donde la fase líquida se mantiene en agitación mecánica, siendo la temperatura de la fase líquida en dicha segunda zona de reacción (S2) menor que la temperatura de la fase líquida en dicha primera zona (S1).
2. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, donde se proporciona una retirada de calor continua (Q2) de la fase líquida contenida en dicha segunda zona de reacción (S2).
- 15 3. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la fase líquida se enfría pasando desde dicha primera zona de reacción (S1) a dicha segunda zona de reacción (S2) y dicha segunda zona de reacción (S2) funciona de manera adiabática.
- 20 4. Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1, 2 ó 3, en el que la temperatura de la fase líquida en la primera zona de reacción (S1) está en el intervalo entre 360 y 440 °C, más preferentemente en el intervalo entre 380 y 420 °C, mientras la temperatura de la fase líquida en la segunda zona de reacción (S2) está en el intervalo entre 320 y 390 °C, más preferentemente en el intervalo entre 330 y 350 °C.
5. Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que dicha segunda zona de reacción (S2) se hace trabajar a una presión más alta que la presión de la primera zona de reacción (S1).
- 25 6. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 5, en el que la presión de la fase líquida en la primera zona de reacción es 50 a 250 bar (5000 a 25000 kPa), preferentemente 70 a 170 bar (7000 a 17000 kPa), mientras la presión de la fase líquida en la segunda zona de reacción es 100 a 300 bar (10000 a 30000 kPa) y preferentemente 150 a 250 bar (15000 a 25000 kPa).
7. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la agitación mecánica en al menos una de dichas primera zona de reacción (S1) y segunda zona de reacción (S2) se proporciona en condición completamente sometida a deflexión de la fase líquida.
- 30 8. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que se añade amoníaco gaseoso (101, 104) a al menos una de la fase líquida de dicha primera zona de reacción (S1) y la fase líquida de dicha segunda zona de reacción (S2), añadiéndose dicho amoníaco gaseoso a la fase líquida en la región donde la agitación mecánica también se transfiere a dicha fase líquida.
- 35 9. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que dicha corriente líquida (100) que comprende urea fundida también se añade a la fase líquida en la región donde la agitación mecánica se transfiere a dicha fase líquida.
- 40 10. Un equipo para llevar a cabo un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes 1 a 9, comprendiendo dicho equipo al menos un recipiente de alta presión (21, 51) o una pluralidad de los mismos (1, 11; 31A-32B, 41, 42), que define una primera zona de reacción (S1) y una segunda zona de reacción (S2), y que comprende:
- un conducto de flujo adaptada para suministrar una corriente líquida (100) que comprende urea fundida a dicha primera zona de reacción (S1);
- al menos un primer agitador mecánico (2) que actúa en dicha primera zona de reacción (S1) y medios de calentamiento (4) adaptados para proporcionar calor a dicha primera zona de reacción;
- 45 - un conducto (9, 26, 39, 49, 56) adaptado para recibir la fase líquida de dicha primera zona de reacción (S1) y suministrar dicha fase líquida a la segunda zona de reacción (S2);
- al menos un agitador mecánico adicional (12) que funciona en dicha segunda zona de reacción (S2), y medios de enfriamiento (14) adaptados para hacer que la temperatura de la fase líquida en la segunda zona de reacción (S2) sea menor que la temperatura de la fase líquida en la primera zona de reacción (S1).
- 50 11. Un equipo de acuerdo con la reivindicación 10, que comprende una primera fase que proporciona dicha primera zona de reacción (S1) por medio de un primer recipiente de reacción (1, 41) o grupo de recipientes (31A-31C) y una segunda fase que proporciona dicha segunda zona de reacción (S2) por medio de un segundo recipiente (11, 42) o grupo de recipientes (32A, 328), teniendo cada recipiente un agitador mecánico interno respectivo (2, 12) y un intercambiador de calor interno respectivo (4, 14) para proporcionar o eliminar calor a / desde la fase líquida respectivamente en recipiente(s) de la primera y de la segunda fase.
- 55 12. Un equipo de acuerdo con la reivindicación 11, en el que al menos uno de dichos recipientes de la primera fase y/o segunda fase comprende compartimentos internos múltiples (C1A-C2B).

13. Un equipo de acuerdo con la reivindicación 12, que comprende un recipiente de primera fase (41) con múltiples compartimentos internos (C1A-C1C) dispuestos en una cascada y que proporciona dicha primera zona de reacción (S1) y un recipiente de segunda fase (42) con múltiples compartimentos internos (C2A, C2B) dispuestos en una cascada y proporcionando dicha segunda zona de reacción (S2).
- 5 14. Un equipo de acuerdo con la reivindicación 10, que comprende un único recipiente de presión (21, 51), comprendiendo dicho recipiente al menos un compartimento de primera fase (C1; C1A-C1C) que proporciona dicha primera zona de reacción (S1) y al menos un compartimento de segunda fase (C2; C2A-C2B) que proporciona dicha segunda zona de reacción (S2), estando dispuestas la primera fase y la segunda fase en cascada, teniendo cada compartimento un agitador interno respectivo (2, 12) y un intercambiador de calor (4, 14) para proporcionar o
10 eliminar calor a/de la fase líquida respectivamente en recipiente(s) de la primera y segunda fase.
15. Un equipo de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que se suministra urea fundida (100) mediante una tubería de urea (5) con un extremo abierto cerca de las paletas de un agitador (2) en la primera zona de reacción y se suministra amoníaco gaseoso (101, 104) mediante tuberías (6, 16) que terminan cerca y debajo de las paletas de los agitadores (2, 12) de la primera y segunda zonas de reacción (S1, S2)
15 respectivamente.

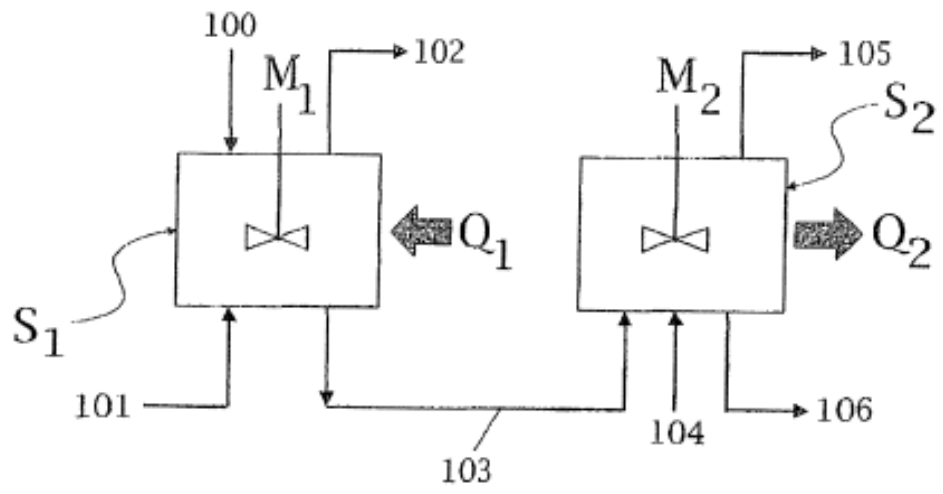
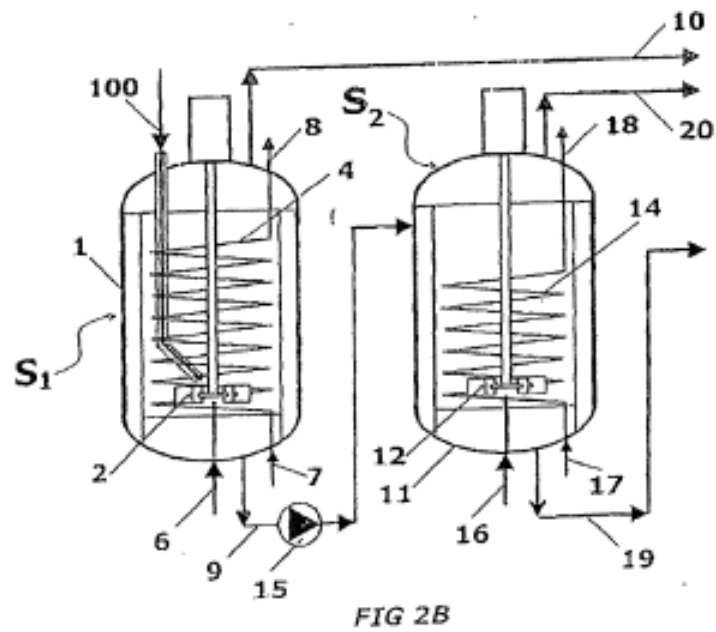
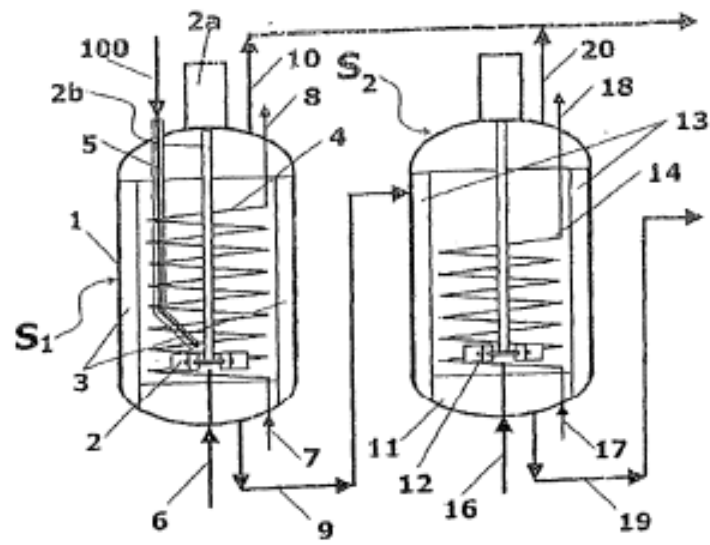


FIG 1



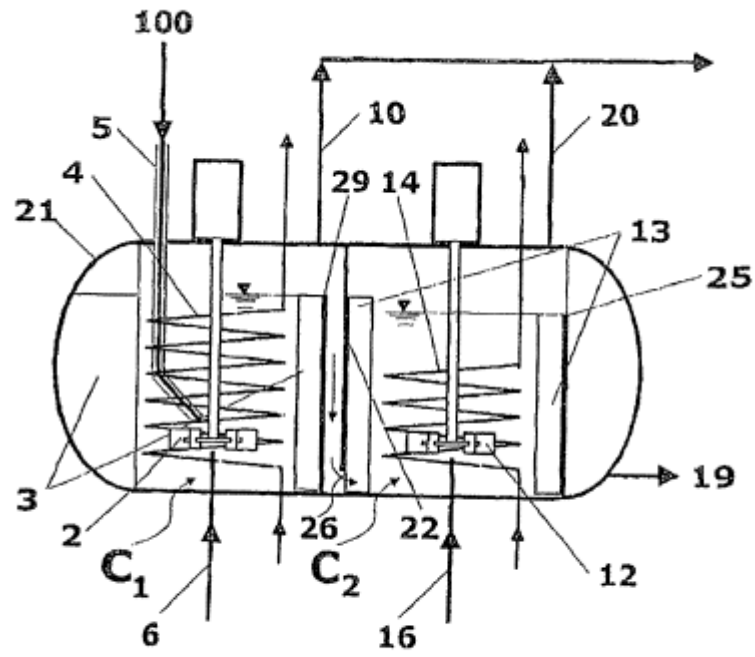


FIG 3

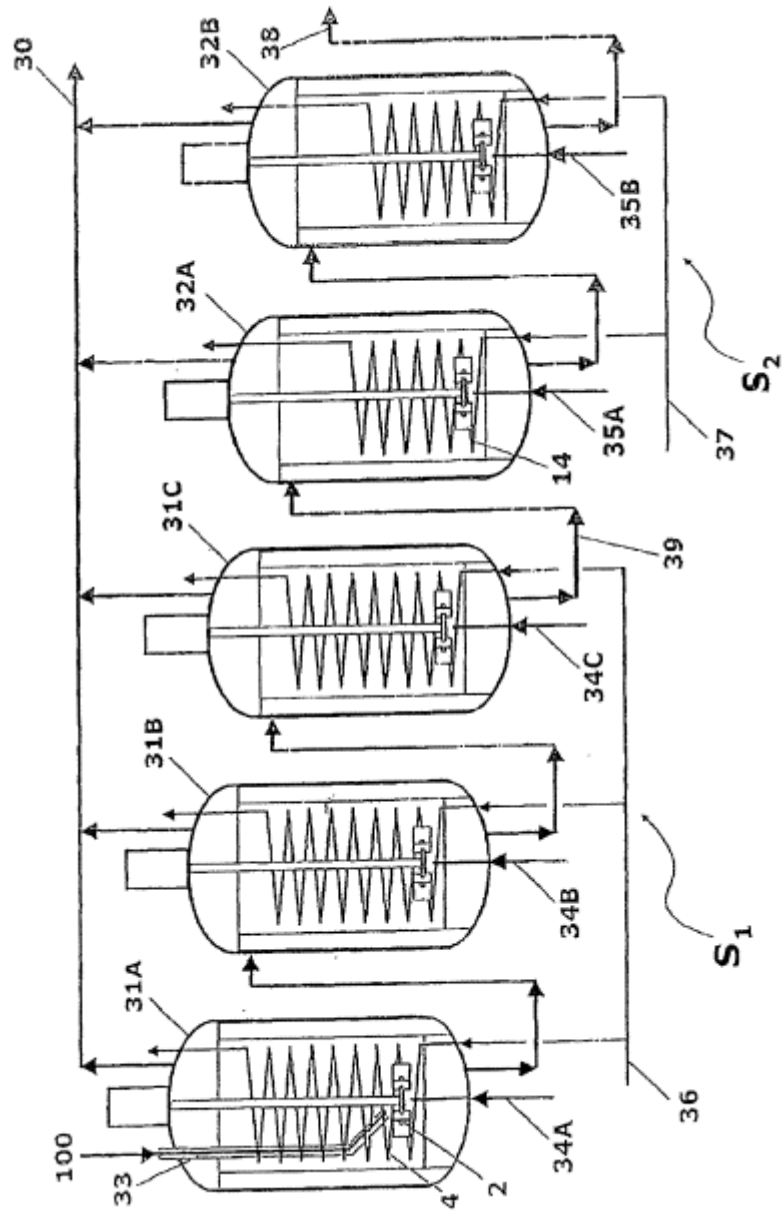


FIG 4

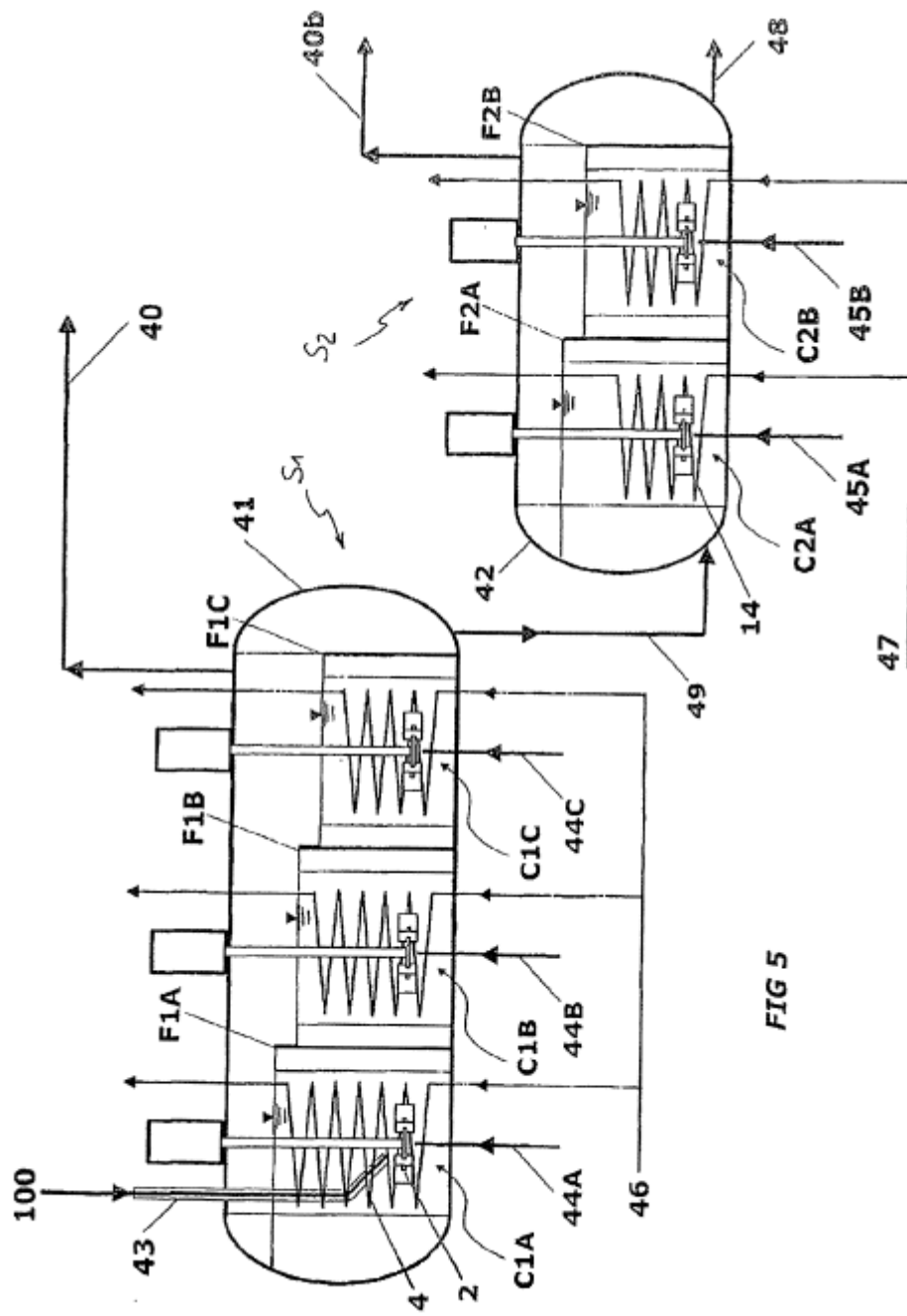


FIG 5

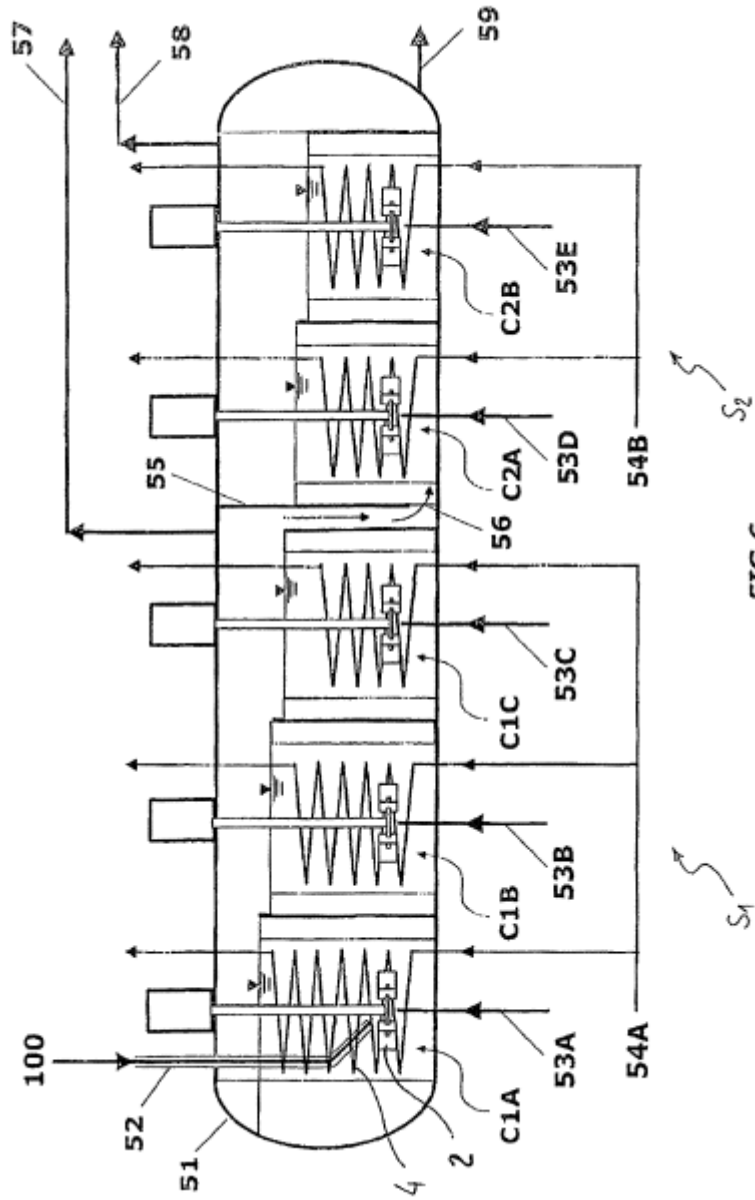


FIG 6