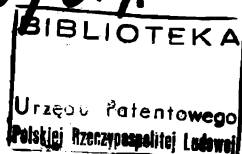


Opis wydany drukiem dnia 10 września 1963 r.

09c 128/04.



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 47194

Kl. 12 o, 17/03
Kl. internat. C 07 c

Montecatini Società Generale per l'Industria Mineraria e Chimica *)

Mediolan, Włochy

Sposób wytwarzania mocznika

Patent trwa od dnia 28 grudnia 1960 r.

Pierwszeństwo: 31 grudnia 1959 r. (Włochy).

Wszystkie przemysłowe procesy syntezy mocznika są oparte na reakcji między dwutlenkiem węgla i amoniakiem.

Wiadomo, że reakcji tej sprzyja zwiększenie temperatury i ciśnienia: np. jeżeli dwa reagenty w stechiometrycznych ilościach poddaje się ciśnieniu 200 atm w temperaturze 180°C, tylko 45% ich przekształca się w mocznik, pozostałość pozostaje jako karbaminian.

Podniesienie temperatury do 210°C i ciśnienia do 270 atm. umożliwia osiągnięcie konwersji powyżej 50%.

Korzyści pochodzące ze zwiększenia ciśnienia jednakże osiąga się kosztem wyższego zużycia energii koniecznej do sprężenia reagentów, a zwłaszcza do pompowania nieprzereagowanego karbaminianu z powrotem do autoklawu.

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest Giacomo Fauser.

Wiadomo, że dwutlenek węgla oddziela się od wodoru otrzymywanego z ciekłych lub gazowych węglowodorów przez absorpcję w wodzie pod ciśnieniem lub w alkalicznych roztworach.

Pierwszy sposób wymaga zużycia energii w ilości 300 Kwh na tonę dwutlenku węgla i pociąga za sobą straty wodoru. W drugim sposobie zużycie energii zmniejsza się do 40Kwh na m³, lecz do regeneracji alkalicznego roztworu potrzeba około 1 tony pary na tonę CO₂.

W obu rozpatrywanych przypadkach dwutlenek węgla następnie spręża się do ciśnienia wymaganego do syntezy mocznika.

Stwierdzono, że można znacznie zmniejszyć zużycie energii potrzebnej do wytwarzania mocznika w porównaniu z metodami dotychczasowymi.

W tym celu, według wynalazku, dwutlenek węgla przeznaczony do wytwarzania mocznika oddziela się od wodoru pod ciśnieniem 300 atm

(pod tym ciśnieniem prowadzi się syntezę amoniaku) przez oziębianie w niskiej temperaturze, po czym przeprowadza się go razem z ciekłym amoniakiem, bez dalszego zużycia energii, do reaktora do wytwarzania mocznika, prowadząc operację pod ciśnieniem nieco niższym od 300 atm.

Nieprzereagowany amoniak oddziela się od mocznika w dwóch stopniach, z których każdy obejmuje destylację i kondensację, które w pierwszym stopniu prowadzi się pod ciśnieniem mniejszym od 30 atm. ale korzystnie większym od 15 atm, a w drugim stopniu prowadzi się pod ciśnieniem mniejszym od 5 atm, lecz korzystnie większym od 0,5 atm., przy czym w każdym przypadku ciśnienie w pierwszym stopniu jest wyższe od ciśnienia w drugim stopniu.

Rysunek schematycznie wyjaśnia proces. Z częściowego spalania oleju opałowego z tlenem, po konwersji CO, otrzymuje się gaz zawierający około 2/3 wodoru i 1/3 CO₂. Gaz ten spręża się za pomocą kompresora 1 do 300 atm. po przejściu przez wymiennik ciepła 2 oziębia się w chłodnicy 3 do temperatury -50°C za pomocą maszyny chłodzącej 4. Około 80% dwutlenku węgla obecnego w gazie, oddziela się jako ciecz w zbiorniku 5. Wodór następnie oczyszcza się całkowicie od CO₂ i CO w urządzeniu 6 i po dodaniu azotu, pochodzącego z 7 wprowadza się do syntezy amoniaku 8.

Ilość dwutlenku węgla oddzielonego przez oziębianie jest wystarczająca, żeby przekształcić cały wytworzony amoniak w mocznik i przez odpowiednią regenerację frigorii w wymienniku ciepła 2, zużycie energii wymaganej do kondensacji dwutlenku węgla jest zmniejszone do około 1/10 ilości, która byłaby potrzebna do usunięcia go przez przemycie wodą pod ciśnieniem.

Dwutlenek węgla i ciekły amoniak wychodzące z odpowiednich zbiorników 5 i 9 przesyła się w ilościach potrzebnych do syntezy mocznika za pomocą automatycznego zaworu regulującego 14, najpierw do wymiennika ciepła 10, następnie pod ciśnieniem 270 atm. do autoklawu 11.

Ponieważ reakcja w autoklawie nie jest ilościowa, potrzebne jest oddzielenie mocznika od karbaminianu w urządzeniu 20 i zawrócenie z powrotem karbaminianu do autoklawu.

Wyładowanie roztworu karbaminianu i mocznika z autoklawu prowadziło się dotąd przy rozpraszaniu całkowitym energii cieczy wychodzącej pod wysokim ciśnieniem i w wysokiej temperaturze. Wskutek tego zawory w tej części urządzenia bardzo szybko się zużywały.

Nie wykorzystywaną dotychczas energię roztworu usuwanego z autoklawu, w sposobie według wynalazku stosuje się do sprężania znowu karbaminianu w autoklawie.

Urządzenie składa się zasadniczo z pary współosiowych cylindrów 18, w których tłoki są połączone sztywno ze sobą za pomocą pręta 19.

Roztwór mocznika i karbaminianu opuszczając autoklaw przechodzi przez wymiennik ciepła 10.

Temperatura roztworu obniża się z 210°C do 140°C, podczas gdy amoniak i tlenek węgla zostają wstępnie ogrzane przed wprowadzeniem ich do autoklawu. Przez ten zabieg zapobiega się chemicznej korozji urządzenia wskutek zmniejszenia chemicznej aktywności mocznika.

Za pomocą rozdzielacza 16, wyładowany z autoklawu roztwór kolejno przeprowadza się do zewnętrznych końców cylindrów A i D, podczas gdy B i C działają jako wspólna pompa hydrauliczna, zasysając karbaminian z kondensatora 22 przez zawory e i f i sprężając go w autoklawie.

Strzałki na rysunku pokazują cyrkulację cieczy podczas ruchu tłoka od wierzchołka do dna. Siła działająca na powierzchnię czołową A tłoka jest wyższa od siły działającej na powierzchnię czołową B, wskutek obecności pręta 19 i różnica tych sił powoduje napór potrzebny do działania urządzenia.

Na końcu suwu rozdzielacz 17 zmienia kierunek cyrkulacji cieczy. Jeśli objętość roztworu mocznika i karbaminianu, opuszczającego autoklaw jest o wiele większa od objętości karbaminianu wtryskiwanego za pomocą pompy, należy za pomocą zaworu 12 zniwelować różnicę w obiegu poza pompą.

Oddzielenie karbaminianu od mocznika i jego zawrócenie całkowite, około 75% karbaminianu oddziela się najpierw w urządzeniu 20, a następnie pozostałe 25% oddziela się w urządzeniu 24.

Roztwór opuszczający rozdzielacz 16 pod ciśnieniem 15 — 30 atm. przeprowadza się, po szybkim ogrzewaniu w odparowywaczu 13 do separatora 20, w którym odparowany karbaminian kondensuje się znowu w temperaturze 80 — 100°C w dolnej części 22 w celu zapobieżenia krystalizacji soli.

Obojętne gazy znajdujące się w amoniaku i dwutlenku węgla przemycane są w małej wieży 21 małą ilością wody wprowadzanej przez rurę 34 w celu odzyskania par karbaminianu.

Roztwór mocznika opuszczający separator 10 poddaje się traktowaniu analogicznemu do poprzedniego, lecz pod ciśnieniem 0,5—1,5 atm. urządzeniu destylacyjnym 23 i w urządzeniu kondensującym 24.

Roztwór karbaminianu przeprowadza się za pomocą pompy 27 do kondensatora 22, skąd wprowadza się do autoklawu 11 z odzyskiwaniem energii za pomocą pompy. Roztwór mocznika, który w urządzeniu destylacyjnym 28 stęży się w próżni do 99% przeprowadza się za pomocą pompy 30 do wieży 33 z drobnoziarnistym wypełnieniem. Ponieważ roztwór mocznika zawiera kilka g/litr amoniaku, parę opuszczającą separator 15 poddaje się frakcjonowanej kondensacji w kolumnie 31 w celu odzyskania amoniaku w postaci stężonego roztworu.

Roztwór ten zawraca się za pomocą pompy 29 poprzez przewód 36 do kondensatora 24, doprowadzając w ten sposób wydajność konwersji amoniaku w mocznik ściśle do 100%.

Zastrzeżenia patentowe

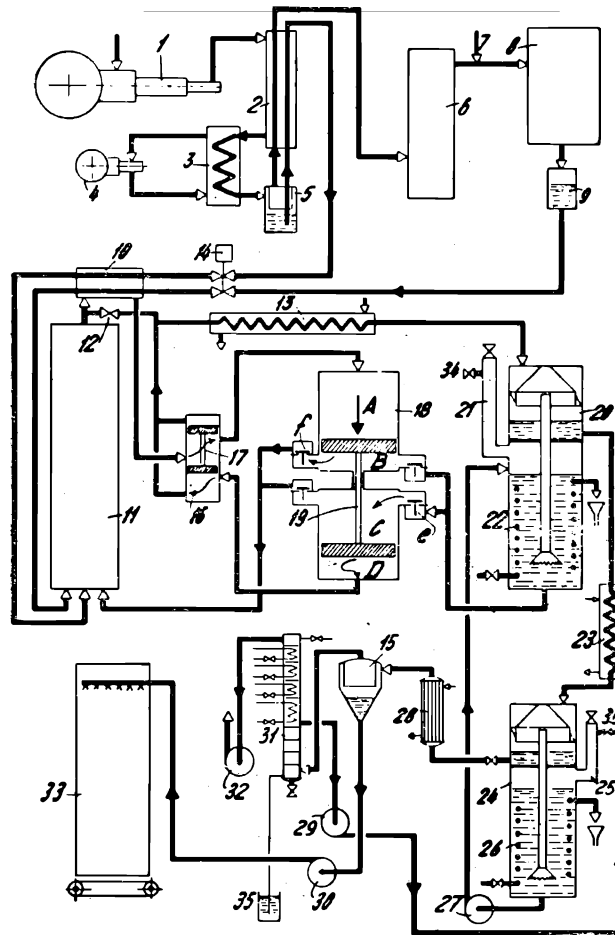
1. Sposób wytwarzania mocznika z amoniaku i dwutlenku węgla, znamieny tym, że nieprzereagowany amoniak oddziela się od mocznika w dwóch stopniach, z których każdy obejmuje destylację i kondensację, przy czym destylację i kondensację w pierwszym stopniu prowadzi się pod ciśnieniem mniejszym od 30 atm., ale korzystnie większym od 15 atm. a destylację i kondensację w drugim stopniu prowadzi się pod ciśnieniem

mniejszym od 5 atm., lecz korzystnie większym od 0,5 atm., przyczym w każdym przypadku ciśnienie w pierwszym stopniu jest wyższe od ciśnienia w drugim stopniu procesu.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że roztwór mocznika i karbaminianu pochodzący z autoklawu stosuje się za pomocą pompy o podwójnie działających, współosiowych cylindrach do ponownego sprężania nie prze-reagowanego karbaminianu.
3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamieny tym, że opuszczające ostatni stopień stężenia roztworu mocznika pary poddaje się frakcjonowanej kondensacji w celu odzyskania zawartego w nich amoniaku.
4. Sposób według zastrz. 1—3, przy zastosowaniu jako materiału wyjściowego mieszaniny zawierającej dwutlenek węgla i wodór, znamieny tym, że oddziela się dwutlenek węgla od wodoru pod ciśnieniem amoniaku z syntezy przez oziębianie do niskiej temperatury i bez dalszego oziębiania prowadzi do reaktora do syntezy mocznika, podczas gdy pozostający wodór skierowuje się do syntezy amoniaku.

Montecatini Società Generale
per l'Industria Mineraria
e Chimica

Zastępca: mgr Józef Kamiński
rzecznik patentowy



BIBLIOTEKA
Urząd Patentowy
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej