



⑩ A **Terinzagelegging** ⑪ **8200905**

Nederland

⑲ NL

- ⑤4 **Werkwijze voor het scheiden van ammoniak en kooldioxide uit mengsels van ammoniak, kooldioxide en water.**
- ⑤1 Int.Cl³: C01C 1/12, B01D 19/00, B01D 53/00, C01B 31/20.
- ⑦1 Aanvrager: Stamicarbon B.V. te Geleen.
- ⑦4 Gem.: Dr. H.B. van Leeuwen c.s.
Octrooibureau DSM
Postbus 9
6160 MA Geleen.

- ②1 Aanvraag Nr. 8200905.
- ②2 Ingediend 5 maart 1982.
- ③2 --
- ③3 --
- ③1 --
- ⑥2 --

- ④3 Ter inzage gelegd 3 oktober 1983.

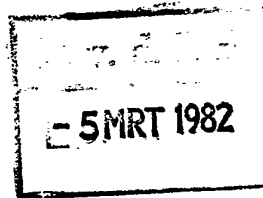
De aan dit blad gehechte stukken zijn een afdruk van de oorspronkelijk ingediende beschrijving met conclusie(s) en eventuele tekening(en).

STAMICARBON B.V.

Uitvinders: Josephus J.P.M. GOORDEN te Sittard

Jan S. LAURENS te Maastricht

Andreas J. BIERMANS te Urmond



1

PN 3364

WERKWIJZE VOOR HET SCHEIDEN VAN AMMONIAK EN KOOLDIOXIDE UIT MENGSELS
VAN AMMONIAK, KOOLDIOXIDE EN WATER

De uitvinding heeft betrekking op een werkwijze voor het afzonderlijk winnen van ammoniak in hoofdzaak vrij van kooldioxide en water alsmede van kooldioxide in hoofdzaak vrij van ammoniak en water uit een mengsel van in hoofdzaak ammoniak en kooldioxide, waarbij men

5 een ammoniakafgas in hoofdzaak vrij van kooldioxide en water in een ammoniakafscheidingszone bestaande uit een destillatie- of rectificatiezone afscheidt uit een mengsel van ammoniak, kooldioxide en eventueel water en de overblijvende vloeibare fase die ammoniak, kooldioxide en eventueel water bevat, daaruit verwijdert en toevoert

10 aan een kooldioxideafscheidingszone, een kooldioxideafgas in hoofdzaak vrij van ammoniak en water in de genoemde kooldioxideafscheidingszone bestaande uit een destillatie-of rectificatiezone afscheidt en de overblijvende vloeibare fase die ammoniak, kooldioxide en eventueel water bevat daaruit verwijdert.

15 In sommige chemische processen verkrijgt men mengsels van ammoniak met kooldioxide, en soms ook water, als bijprodukt. Bij de synthese van melamine uit ureum verkrijgt men bijvoorbeeld een gasmengsel dat naast melamine tevens ammoniak en kooldioxide bevat in hoeveelheden van ten minste 1,7 ton per ton melamine. Dergelijke

20 mengsels verkrijgt men eveneens bij de bereiding van ureum uit ammoniak en kooldioxide als gevolg van de ontleding van het bijprodukt ammoniumcarbamaat en de afscheiding daarvan uit het produkt ureum. Om deze ammoniak en kooldioxide met succes te kunnen gebruiken na afscheiding uit de melamine of uit het ureum, bij voorbeeld als recir-

25 culatie naar een ureum-syntheseprocess, is het in de meeste gevallen noodzakelijk de gassen onder een hogere druk te brengen. Een verdichting van een dergelijk mengsel vereist speciale maatregelen om te voorkomen dat de ammoniak en de kooldioxide gaan condenseren en het daarbij gevormde vaste ammoniumcarbamaat neerslaat.

8200905

Dergelijke gasmengsels worden derhalve gewoonlijk in water of in een waterige oplossing geabsorbeerd, hetgeen een ammoniumcarbamaatoplossing doet ontstaan die naar de ureumsynthesereactor kan worden gepompt en soms door middel van desorptie en nogmaals absorptie bij een hogere druk wordt geconcentreerd. Een nadeel van deze procedure is dat het samen met de ammoniak en de kooldioxide naar de ureum reactor gerecirculeerde water een ongunstige uitwerking heeft op de ureumsynthesereactie.

Voorgesteld is de ammoniak en de kooldioxide afzonderlijk uit de mengsels te verwijderen en ze afzonderlijk te recirculeren om zo het ontstaan en het neerslaan van ammoniumcarbamaat te vermijden. Het binaire systeem ammoniak en kooldioxide vormt evenwel een maximum kookpuntsazeotroop bij een molverhouding ammoniak/kooldioxide van ongeveer 2 : 1 en kan derhalve niet zonder meer door middel van destillatie worden gescheiden. Dit verschijnsel doet zich eveneens voor in het ternaire systeem van ammoniak, kooldioxide en water, en onder de uitdrukking azeotroop zoals hier gebruikt dient eveneens te worden verstaan dit in het ternaire systeem voorkomend verschijnsel. Tevens dient men onder de uitdrukking 'rijk' aan ammoniak zoals in deze beschrijving met betrekking tot een dergelijk binair of ternair mengsel toegepast te verstaan dat bij verwarming van een mengsel, dat 'rijk' is aan ammoniak een in hoofdzaak zuiver gasvormig ammoniak ontsnapt tot het resterende mengsel een samenstelling heeft die op de (hierna te definiëren) grenslijn ligt. Anderzijds betekent de uitdrukking 'arm' aan ammoniak dat het mengsel niet 'rijk' is aan ammoniak.

Omgekeerd betekent de uitdrukking 'rijk' aan kooldioxide dat bij verwarming van een mengsel 'rijk' aan kooldioxide in hoofdzaak zuiver kooldioxide ontsnapt. De uitdrukking 'arm' aan kooldioxide betekent dat het mengsel niet 'rijk' is aan kooldioxide.

In figuur 1 is een driehoeksdiagram het ternaire systeem ammoniak-kooldioxide-water bij constante druk weergegeven. Het systeem is verdeeld in twee gebieden door middel van lijn III, die in deze omschrijving de 'grenslijn' wordt genoemd en die de azeotrope samenstelling vertegenwoordigt bij constante druk en bij een wisselend water-gehalte. Deze grenslijn kan niet worden overschreden met normale

destillatie- of rectificatietechnieken.

Bij rectificatie van een vloeibaar mengsel rijk aan ammoniak, dat wil zeggen een mengsel dat ligt binnen gebied I in fig. 1, ont-
 wijkt hierdoor gasvormig ammoniak tot de samenstelling van de
 5 vloeistof de grenslijn bereikt. Wanneer men een mengsel rijk aan
 kooldioxide, welk mengsel zich bevindt in gebied II in figuur 1, rec-
 tificeert, ontwijkt gasvormig kooldioxide tot de
 samenstelling van de vloeistof de grenslijn bereikt. Wanneer de
 samenstelling van het vloeibare mengsel zich eenmaal op de grenslijn
 10 bevindt, leidt verder rectificeren of destilleren bij constante druk
 tot een gasvormig mengsel van alle componenten, maar de samenstelling
 van het resterende vloeibare mengsel blijft op de grenslijn. Zie ook
 P.J.C. Kaasenbrood, Chemical Reaction Engineering, Proceedings of the
 Fourth European Symposium, Sept. 9-11, 1968, uitgegeven door Pergamon
 15 Press (1971), pag. 317-328.

Om deze azeotroop te vermijden zijn verschillende werkwijzen
 voorgesteld die allemaal de opsplitsing inhouden van de ammo-
 niak-kooldioxide mengsels in hun samenstellende delen. De afzon-
 derlijke afscheiding van ammoniak is van het grootste belang daar dit
 20 het meest waardevolle bestanddeel is.

Enkele van deze processen zijn gebaseerd op selectieve
 absorptie van óf het ammoniak óf de kooldioxide in een vloeistof. In
 de gepubliceerde Nederlandse Octrooiaanvraag no. 143.063 wordt bij-
 voorbeeld een werkwijze beschreven waarbij men bij verhoogde druk
 25 ammoniak absorbeert in een waterige oplossing van een ammoniumzout van
 een sterk zuur, zoals ammoniumnitraat. Een selectieve absorptie van
 kooldioxide door een gasmengsel te wassen met een waterige alkanola-
 mine oplossing, zoals monoethanolamine, wordt beschreven in het Duitse
 Octrooischrift 669.314. Al deze werkwijzen hebben echter het nadeel
 30 dat de geabsorbeerde component daarna uit het absorptiemiddel dient te
 worden verwijderd en dient te worden gezuiverd.

Voorgesteld is verder ammoniak en kooldioxide af te scheiden
 uit mengsels van ammoniak, kooldioxide en water door in een eerste
 stap het grootste deel van de ammoniak af te destilleren en in een
 35 tweede stap, bij een hogere systeemdruk, de kooldioxide af te
 destilleren. De uitdrukking 'systeemdruk' zoals hier gebruikt betekent

de som van de partiaaldrukken van ammoniak, kooldioxide en water. Werkwijzen van dit type zijn beschreven in de Amerikaanse octrooischriften 3.112.177 en 4.060.591 en in de Britse octrooischriften 916.945 en 1.129.939.

- 5 In het Amerikaanse octrooischrift 3.112.177 wordt een werkwijze beschreven waarbij men in een eerste stap bij een systeemdruk tussen 1 en 5 ata gasvormige kooldioxide afscheidt uit een mengsel van ammoniak, kooldioxide en water, welk mengsel arm is aan ammoniak. De resterende vloeistof wordt daarna gestript met, bijvoorbeeld, methaan
10 bij een totale druk van 1 bar. Hierdoor wordt de systeemdruk verlaagd en ontwijkt er ammoniak en een hoeveelheid kooldioxide, zodat men een mengsel van methaan, ammoniak en kooldioxide met een totale druk van 1 bar verkrijgt. Ter verwijdering van sporen kooldioxide in het gasmengsel, wordt een deel van het mengsel gecondenseerd, waardoor de
15 kooldioxide wordt geabsorbeerd door de vloeibare ammoniak.

- Het Amerikaanse octrooischrift 4.060.591 beschrijft een werkwijze voor het winnen van ammoniak uit waterige mengsels die tevens CO_2 en H_2O bevatten waarbij men het mengsel eerst ontzuurt door bij verhoogde druk uitstrippen van CO_2 . Uit de resterende vloeistof
20 verwijdt men dan door strippen alle NH_3 , CO_2 en H_2O en het resulterende gasmengsel wordt daarna bij verlaagde druk ten opzichte van de ontzuringstap gewassen of gestript waarbij een gasstroom van zuivere ammoniak wordt verkregen.

- Een vergelijkbare werkwijze wordt beschreven in het Britse octrooischrift 916.945 waarbij men een ammoniak-houdende vloeistof bij
25 een verhoogde druk ontzuurt in een kolom waarin men het opstijgend gas door wassen met koud water bevrijdt van ammoniak, waardoor gasvormig kooldioxide overblijft. De resterende vloeistof wordt daarna geëxpandeed en in een stripper geleid, waarin het wordt bevrijd van alle
30 ammoniak en kooldioxide. Het daardoor ontstane gasvormige mengsel wordt daarna gewassen met het geheel of een gedeelte van de aangevoerde ammoniak-houdende vloeistof voordat laatstgenoemde wordt ontzuurd, waarbij een in hoofdzaak zuivere ammoniakstroom wordt verkregen.

- 35 In het Brits octrooischrift 1.129.939 wordt een ammoniakrijk gasmengsel van ammoniak en kooldioxide geabsorbeerd in water of

een waterige oplossing. Uit de daaruit verkregen waterige oplossing wordt bij atmosferische druk ammoniak gedestilleerd. De overblijvende oplossing onderwerpt men daarna bij gelijktijdig verwarmen aan een gefractioneerde destillatie bij een druk tussen 5 en 20 bar ter ver-
5 wijdering van de kooldioxide.

Deze laatstgenoemde werkwijzen zijn gebaseerd op het principe dat men door de druk van een systeem bestaande uit ammoniak, kooldioxide en water te veranderen ammoniak kan afscheiden bij de laagste druk en kooldioxide bij de hoogste druk. Bij deze werkwijzen
10 met toepassing van drukverschil dient de systeemdruk in de kooldioxideafscheidingszone ten minste tweemaal zo groot te zijn als de druk in de ammoniakafscheidingszone. De verhouding tussen de systeemdrukken in de ammoniak- en in de kooldioxideafscheidingszones dient bij voorkeur te liggen tussen ongeveer 1 : 5 en 1 : 20 wanneer
15 men de afscheiding goed wil doen verlopen.

De werkwijze met toepassing van drukverschil hebben echter het nadeel dat, indien het ammoniak en kooldioxide mengsel voorligt bij een druk van meer dan 1 atmosfeer, dit mengsel eerst geëxpandeerd dient te worden tot 1 atmosfeer. Daarbij komt gasvormig ammoniak vrij
20 met een druk van hoogstens 1 atmosfeer of nog lager wanneer een grote hoeveelheid van een ander gas aanwezig is. Indien deze ammoniak verder verwerkt moet worden, zoals bij een ureumsyntheseprocess, dient het onder een hogere druk gebracht te worden. De hiervoor benodigde compressie-energie is zeer aanzienlijk. Verder dient de kooldioxide
25 concentratie in het ammoniak uiterst laag te worden gehouden om het ontstaan en het neerslaan van vast ammoniumcarbamaat in de compressor en de hogedruk leidingen te voorkomen.

Een andere werkwijze waarbij dit drukverschil niet vereist is wordt beschreven in de Nederlandse octrooiaanvraag 7612163. Door
30 middel van de hierin beschreven werkwijze kan men ammoniak en kooldioxide afzonderlijk uit dergelijke mengsels scheiden zonder dat men zulk een drukverschil nodig heeft, indien men de ammoniak en kooldioxide bevattende stroom die naar een kooldioxideafscheidingszone wordt gevoerd verdunt door, toevoeging van water in een hoeveelheid
35 die 0.2 tot 6 maal het totale gewicht is van een dergelijke ammoniak- en kooldioxide-bevattende toevoer. Ter vereenvoudiging wordt deze

laatstgenoemde werkwijze hierna een 'verdunningsmethode' genoemd.

Volgens één uitvoeringsvorm van de verdunningsmethode wordt eerst in een ammoniakafscheidingszone ammoniak in hoofdzaak vrij van kooldioxide en water afgescheiden uit een ammoniak-rijk mengsel
 5 bestaande uit ammoniak, kooldioxide en eventueel water. Uit de overblijvende vloeibare fase die deze ammoniakafscheidingszone aan de bodem verlaat wordt kooldioxide afgescheiden in een kooldioxideafscheidingszone waarin de uit de ammoniakafscheidingszone naar de kooldioxideafscheidingszone gevoerde overblijvende vloeibare fase ver-
 10 dund wordt met een hoeveelheid van 0.2 tot 6 maal zijn gewicht in water.

Volgens een andere uitvoeringsvorm van de verdunningsmethode wordt eerst in een kooldioxideafscheidingszone kooldioxide in hoofd-
 zaak vrij van ammoniak en water gescheiden uit een ammoniak-arm
 15 mengsel bestaande uit ammoniak, kooldioxide en eventueel water. Vanaf de bodem van deze kooldioxideafscheidingszone voert men de overblijvende vloeibare fase naar een desorptiezone waarin nagenoeg alle ammoniak en kooldioxide worden gedesorbeerd waarna men de resulterende gasfase aan de ammoniakafscheidingszone toevoert. Uit deze
 20 resulterende gasfase scheidt men in de ammoniakafscheidingszone ammoniak in hoofdzaak vrij van kooldioxide en water af, waarna men de overblijvende vloeibare fase aan de kooldioxideafscheidingszone toevoert. Aan deze kooldioxideafscheidingszone voert men ter verdunning water toe in een gewichtshoeveelheid van 0.2 tot 6 maal het
 25 gecombineerde totale gewicht van het te scheiden uitgangsmengsel en de overblijvende in de kooldioxideafscheidingszone gevoerde vloeibare fase uit de ammoniakafscheidingszone.

Volgens een andere uitvoeringsvorm van de verdunningsmethode, waarbij het te scheiden ammoniak en kooldioxide bevattende mengsel tevens een aanzienlijke hoeveelheid water bevat, kan het
 30 een voordeel zijn dit mengsel eerst naar de desorptiezone te voeren waarin het ammoniak en de kooldioxide worden gedesorbeerd en, samen met een hoeveelheid waterdamp, in de ammoniakafscheidingszone worden geleid. Vanuit de top van de ammoniakafscheidingszone verkrijgt men
 35 ammoniak in hoofdzaak vrij van kooldioxide en waterdamp, en de overblijvende ammoniak, kooldioxide en water bevattende vloeibare fase

leidt men vervolgens in de kooldioxideafscheidingszone. Tevens wordt verdunningswater in de kooldioxideafscheidingszone gevoerd in een gewichtshoeveelheid van ongeveer 0.2 tot 6 maal de totale hoeveelheid van de overblijvende uit de ammoniakafscheidingszone in de kooldioxideafscheidingszone gevoerde vloeibare fase. Vanuit de top van de kooldioxideafscheidingszone verkrijgt men kooldioxide in hoofdzaak vrij van ammoniak en water, en de overblijvende vloeibare fase vanuit de bodem van de kooldioxide-afscheidingszone wordt naar de desorptiezone gevoerd.

10 Een aantal modificaties van deze werkwijzen voor de scheiding van gasmengsels bestaande uit ammoniak, kooldioxide en water is beschreven in de ter inzage gelegde Europese octrooiaanvragen 5292 en 18.028.

15 Bij deze werkwijzen doet zich het probleem voor dat in de desorptiezone de totale hoeveelheid vloeistof volledig ammoniakvrij gemaakt moet worden.

Dit betekent onder meer dat de totale vloeistofstroom op zeer hoge temperatuur verhit moet worden. Vooral in het geval grote hoeveelheden gedesorbeerde vloeistof gerecirculeerd worden in het proces, betekent dit dat hetzij veel warmte op een minder geschikte plaats in het proces vrijkomt, danwel dat veel en kostbare warmtewisselingen toegepast moeten worden. Bovendien worden hierdoor de recirculatiestromen vergroot, zodat grotere apparatuur nodig is, en het energieverbruik toeneemt.

25 Het is een doel van de uitvinding een werkwijze te verschaffen waarbij dit probleem zich niet voordoet.

De uitvinding wordt gekenmerkt, doordat men de uit de kooldioxide afscheidingszone verwijderde vloeibare fase toevoert aan een eerste desorptiezone waarin een gasmengsel, in hoofdzaak bestaande uit ammoniak, kooldioxide en water en een verdunde oplossing van ammoniak, kooldioxide en water gevormd wordt, welke verdunde oplossing gedeeltelijk aan de kooldioxide afscheidingszone en gedeeltelijk aan een tweede desorptiezone toegevoerd wordt, in welke tweede desorptiezone uit de verdunde oplossing nagenoeg alle ammoniak en
35 kooldioxide gedesorbeerd wordt onder vorming van een gasmengsel in hoofdzaak bestaande uit water, ammoniak en kooldioxide enerzijds, en

anderzijds nagenoeg zuiver water.

In een voorkeursuitvoeringsvorm voert men 50-90 % van de vloeistof afkomstig uit de eerste desorptiezone naar de CO₂-afscheidingszone.

5 De eerste desorptiezone wordt bij voorkeur zo bedreven dat het gehalte aan ammoniak in de vloeistof afkomstig uit de eerste desorptiezone, ligt tussen 0,1 en 5 gew.-% en bij voorkeur < 2,5 gew.-%, meer in het bijzonder < 0,5 gew.-% is. Bij deze verhoudingen verkrijgt men een goed functionerend proces, waarbij zich geen proble-
10 men voordoen ten aanzien van het functioneren van de CO₂ afscheidingszone.

Bij voorkeur voert men het gasmengsel dat afkomstig is uit de tweede desorptiezone terug naar de eerste desorptiezone.

Volgens een uitvoeringsvorm die bijzonder de voorkeur geniet,
15 voert men alle warmte die in de eerste en in de tweede desorptiezone nodig zijn voor het desorberen van de aanwezige ammoniak en kooldioxide toe in de tweede desorptiezone.

Het is gebleken, dat bij deze voorkeurswerkwijze een bijzonder gunstige gas/vloeistof verhouding optreedt in de tweede
20 desorptiezone. Daardoor bereikt men onder meer, dat zonder enig probleem zeer zuiver water uit de bodem van de desorptiezone vrijkomt. Dit water kan zonder veel problemen als ketelvoedingswater toegepast worden.

Een tweede voordeel van deze gunstige gas/vloeistofverhouding
25 is, dat het eventueel in de vloeistof aanwezige ureum snel gehydrolyseerd wordt tot ammoniak en kooldioxide.

Een derde voordeel is gelegen in het feit dat men aldus met behoud van dezelfde hoge zuiverheidsgraad als in de bekende processen met minder energie kan volstaan.

30 Tenslotte is in dat geval de damp-vloeistof-verhouding in de eerste desorptiezone bijzonder gunstig, waardoor de hoeveelheid water in het afgas verlaagd is. Daardoor komt veel minder water in de NH₃-afscheidingszone wat op de grootte van de recirculatiestromen en dus op het energieverbruik van de scheiding een positief effect heeft.

35 Bij deze werkwijze verkrijgt men aldus aanzienlijk zuiverder water uit de desorptiezone zonder dat meer energie gebruikt wordt.

De werkwijze volgens deze uitvoeringsvorm heeft derhalve het voordeel, dat bij toepassing van minder energie in de desorptiezone dan bij de bekende werkwijze, de zogenaamde stripfaktor voor ammoniak in de top van de eerste desorptiezone zo laag wordt, dat op de

5 bovenste schotels van deze zone het ammoniakgehalte van de gasfase gelijk of lager kan zijn dan op de direkt daaronder gelegen schotels ('pinching' van de kolom).

Dit heeft het grote voordeel dat de temperatuur bovenin deze zone in dat geval lager is dan bij de bekende werkwijze.

10 Deze lagere temperatuur op de bovenste schotels van de desorptiezone brengt automatisch met zich mee, dat vergeleken met de bekende werkwijzen, minder water in het gasmengsel afkomstig uit de desorptiezone aanwezig is. Dit is een zeer belangrijk voordeel omdat het watergehalte van dit gasmengsel een grote invloed heeft op het

15 totale energieverbruik van de scheiding, waarbij een lager watergehalte tot een lager energieverbruik leidt.

Volgens een andere voorkeursuitvoeringsvorm voert men het gasmengsel afkomstig uit de eerste desorptiezone tenminste gedeeltelijk toe aan de ammoniak afscheidingszone.

20 Een deel van dit gas kan met voordeel aan de bodem van de CO₂ afscheidingszone toegevoerd worden.

Daarnaast kan men met voordeel een overmaat CO₂-houdende gasstroom, bij voorkeur nagenoeg zuiver CO₂, toevoeren aan de bodem van de ammoniak afscheidingszone.

25 De vloeistof die afkomstig is uit de eerste desorptiezone voert men toe als verdunningswater aan de CO₂-afscheidingszone.

De hoeveelheid water in deze vloeistof bedraagt bij voorkeur 0,2 tot 6 maal (op gewichtsbasis) de totale voeding aan deze afscheidingszone, met uitzondering van het verdunningswater zelf.

30 Met voordeel kan men de druk in de kooldioxideafscheidingszone hoger kiezen dan in de ammoniakafscheidingszone. Hierdoor bevordert men de efficiëntie van de scheiding.

De drukken in de verschillende afscheidingszones dienen bij voorkeur te liggen tussen ongeveer 50 en 5000 kPa. In de ammoniakafscheidingszone heeft een druk van ongeveer 1800 kPa of meer,

35 afhankelijk van de temperatuur van het beschikbare koelwater zoals

hierna genoemd, het voordeel dat het afgescheiden ammoniak vrij gemakkelijk en goedkoop vloeibaar kan worden gemaakt door met koelwater te koelen. Bij toepassing van de verdunningsmethode kan de systeemdruk in de kooldioxideafscheidingszone dezelfde zijn als in de ammoniakafscheidingszone, maar deze druk kan ook hoger zijn. Bij voorkeur, echter, bedraagt de systeemdruk in de kooldioxideafscheidingszone niet meer dan tweemaal de systeemdruk in de ammoniakafscheidingszone.

De in de verschillende afscheidingszones aangehouden temperaturen zijn afhankelijk van de drukken, de samenstelling van de voeding en de vereiste zuiverheid van de af te scheiden produkten. Bij de verdunningsmethode, waarbij rectificatiekolommen in de afscheidingszones worden toegepast, bevinden deze temperaturen zich in het algemeen binnen de in de volgende tabel aangegeven grenzen:

	bodem	top
NH ₃ -afscheiding	+60 tot +170 °C	-35 tot +66 °C
CO ₂ -afscheiding	+75 tot +200 °C	0 tot +100 °C

De temperaturen in de desorptiezone worden eveneens bepaald door de drukken, de samenstelling van de voeding naar de zone en de zuiverheidseisen (hoeveelheid ammoniak en kooldioxide) met betrekking tot het uit de bodem van deze zone verwijderde desorptiewater. In het algemeen worden deze temperaturen gekozen boven het kookpunt van de bij de toegepaste drukken te desorberen vloeibare fase.

De afscheidingszone waaraan het te scheiden mengsel in eerste instantie wordt toegevoerd wordt gekozen afhankelijk van onder andere de samenstelling van dit mengsel. Zo wordt het, indien het rijk is aan ammoniak (in gebied I in figuur 1), met veel voordeel toegevoerd aan de ammoniakafscheidingszone. Indien het daarentegen arm is aan ammoniak (op grenslijn III of binnen gebied II in figuur 1), dan wordt het met veel voordeel in eerste instantie naar de kooldioxideafscheidingszone gevoerd. Indien, ten slotte, het te scheiden mengsel rijk is aan ammoniak en indien het tevens een aanzienlijke

hoeveelheid water bevat, kan het met veel voordeel in eerste instantie naar de desorptiezone worden gevoerd.

De ammoniak- en kooldioxideafscheidingzones kunnen bestaan uit elk willekeurig apparaat dat geschikt is voor het scheiden van de gasvormige en vloeibare componenten volgens de uitvinding met inbegrip, hoewel hiertoe niet beperkt, van rectificatie-, destillatie- en waskolommen. Rectificatiekolommen of kolommen met rectificatiezones zijn echter zeer geschikt om te worden toegepast bij de werkwijze van deze uitvinding.

In de stromen tussen de verschillende scheidingszones van het scheidingsproces waarop de onderhavige werkwijze betrekking heeft kunnen enige variaties worden aangebracht die niettemin binnen het raam en de strekking van deze uitvinding vallen.

KORTE OMSCHRIJVING VAN DE TEKENINGEN

Figuur 1 geeft een schema weer van het systeem $\text{NH}_3/\text{CO}_2/\text{H}_2\text{O}$ bij constante druk, welk systeem hierboven uitvoerig is beschreven.

Figuur 2 geeft een schema weer voor de werkwijze volgens de uitvinding waarbij de NH_3 - en CO_2 -afscheidingzones bij nagenoeg dezelfde druk werken.

Figuur 3 geeft een schema weer van een soortgelijke werkwijze waarbij de scheidingen bij verschillende drukken worden uitgevoerd.

UITVOERIGE OMSCHRIJVING VAN DE VOORKEURSUITVOERINGSVORMEN

Eén voorkeursuitvoeringsvorm van deze uitvinding wordt weergegeven in figuur 2 waar de ammoniak wordt toegevoegd aan een verdunningsproces waarbij de ammoniak- en kooldioxideafscheidingzones bij in hoofdzaak dezelfde druk werken. In deze figuur 2 omvat de ammoniakafscheidingzone de NH_3 -rectificatiekolom (3), de kooldioxideafscheidingzone de CO_2 -rectificatiekolom (18), de eerste desorptiezone de desorbeur (10) en de tweede desorptiezone de desorbeur (22).

Een mengsel van NH_3 , CO_2 en H_2O wordt via de leiding (1) en pomp (2) aan een NH_3 -rectificatiekolom (3) toegevoerd. Aan de top van kolom (3) wordt NH_3 afgevoerd via leiding (4). Deze NH_3 kan, in con-

densor (5) met behulp van (diep)koeling gecondenseerd worden. Uit de
 condensor ontwijkt een niet gecondenseerd gasmengsel bestaande uit
 NH₃ en inert gas. Dit inert gas is afkomstig van de lucht die aan de
 installatie is toegevoerd om de in vaten en leidingen gebruikte
 5 constructiematerialen in gepassiveerde toestand te houden, zodat geen
 onacceptabele corrosie kan optreden. In plaats van lucht kan uiteraard
 zuurstof of een zuurstofafgeevende stof voor dit doel worden gebruikt.
 De lucht wordt via compressor (6), en de leidingen (7) en (8)
 gedeeltelijk aan de NH₃-rectificatiekolom (3) en gedeeltelijk via
 10 leiding (9) aan de tweede desorbeur (22) gesuppleerd.
 Het gasmengsel afkomstig uit condensor (5) wordt in water (11) ont-
 daan van NH₃ door wassing met water dat via leiding (34) aangevoerd
 wordt, waarbij een hoeveelheid adsorptiewarmte wordt afgevoerd door
 een deel van de verkregen waterige NH₃-oplossing die wordt afgevoerd
 15 door pomp (12) te koelen in recirculatiekoeler (13) en terug te voeren
 naar water (11) via leiding (14). De hierbij gevormde oplossing wordt
 teruggevoerd naar de NH₃-rectificatiekolom (3), via leiding (15).
 Het inerte gas wordt via leiding (16) afgevoerd en via
 leiding (17) onder in CO₂-rectificatiekolom (18) geleid. Het kan des-
 20 gewenst ook geheel of gedeeltelijk worden gespuid via leiding (19).
 Een deel van de in condensor (5) vloeibaar gemaakt NH₃ gaat via
 leiding (20) terug naar de NH₃-rectificatiekolom om als reflux te
 dienen. Via leiding (32) kan aan de NH₃-rectificatiekolom een
 CO₂-houdend gas toegevoerd worden.
 Uit de bodem van de NH₃-rectificatiekolom (3) wordt een oplossing van
 NH₃ en CO₂ in water afgevoerd via leiding (21).
 Deze oplossing wordt in de CO₂-rectificatiekolom (18) geleid, die bij
 praktisch dezelfde systeemdruk werkt als de NH₃-rectificatiekolom (3).
 30 Als verdunningsmiddel wordt via leiding (23) een deel van het
 bodemprodukt van de eerste desorbeur (10) aan kolom (18) toegevoerd.
 De de benodigde warmte voor de rectificatie wordt hier via de verhit-
 tingsspiralen (24) met behulp van, bijvoorbeeld, stoom toegevoerd.
 Via leiding (29) wordt nog een hoeveelheid waswater aan kolom (18)
 35 toegevoerd om de NH₃ zo volledig mogelijk uit de CO₂ te verwijderen.
 Aan de top van de kolom (18) ontwijkt via leiding (30) een gas dat

bestaat uit CO_2 en eventueel inert gas, dat geen of nagenoeg geen NH_3 meer bevat.

Het bodemprodukt van kolom (18), een verdunde oplossing van NH_3 en CO_2 in water, wordt via leiding (31) naar de eerste desorbeur (10) geleid, waarin een deel van de aanwezige NH_3 en CO_2 verwijderd wordt.

Een deel van de in de eerste desorbeur (10) verkregen vloeistof wordt via leiding (23) naar de CO_2 -rectificatiekolom (18) gevoerd.

Het in de eerste desorbeur (10) gevormde gasmengsel gaat via leiding (33) tenminste gedeeltelijk naar de NH_3 -rectificatiekolom (3). Een deel kan via leiding (38) naar de bodem van de CO_2 -rectificatiekolom gaan.

Het resterende deel van de vloeistof afkomstig uit de eerste desorbeur 10 wordt via leiding (25) toegevoerd aan de tweede desorbeur (22) waarin via verhittingsspiralen (26) de totale warmte die in de eerste en in de tweede desorbeur benodigd is, toegevoerd wordt.

Via leiding (27) wordt zuiver water afgevoerd. De daarin aanwezige warmte kan via warmtewisseling elders in het proces gebruikt worden, bijvoorbeeld in rectificatiekolom (18).

Via leiding (28) kan een gasmengsel dat in hoofdzaak bestaat uit water, ammoniak, kooldioxide en inertgas, toegevoerd worden aan de eerste desorbeur.

In de hierboven beschreven uitvoeringsvorm van de werkwijze volgens de uitvinding dient dit uit de eerste desorptiezone (10) afkomstige gasmengsel van NH_3 , CO_2 en H_2O , waarvan de samenstelling in het NH_3 -rijke gebied ligt, ervoor te zorgen dat de waterige vloeibare fase aan de bodem van de CO_2 -rectificatiekolom rijk wordt aan NH_3 .

Een andere voorkeursuitvoeringsvorm van de uitvinding waarbij de verdunningsmethode wordt toegepast wordt weergegeven in figuur 3 waarin de CO_2 -rectificatie wordt bedreven bij een druk die hoger is dan bij de NH_3 -rectificatie.

Deze figuur is nagenoeg gelijk aan figuur 2 en de verwijzingscijfers hebben dezelfde betekenis. De verschillen liggen hierin, dat in de leidingen (17) en (21) een compressor A resp. een pomp B zijn aangebracht om de gas- resp. vloeistofstromen op een hogere druk

te brengen. Verder bevindt zich in leiding (33) een reduceerklep (C) via welke klep een deel van het gasmengsel afkomstig uit de eerste desorbeur (10) in druk verminderd wordt. Hierbij werken de desorptiekolommen (10) en (22) bij een systeemdruk die nagenoeg gelijk is
 5 aan de systeemdruk van de CO₂-rectificatie. Bovendien is in leiding (8) een reduceerklep (D) aangebracht waarmee een deel van de toegevoerde lucht in druk verlaagd wordt.

In de hierboven gegeven figuur-beschrijving is er van uitgegaan, dat de eerste en tweede desorptiezone uitgevoerd zijn als twee
 10 aparte kolommen. Het ligt echter binnen het normale kunnen van de vakman deze twee kolommen uit te voeren als een, gemodificeerde, kolom.

De uitvinding wordt nu toegelicht aan de hand van enkele voorbeelden, maar is daar niet toe beperkt.

Voorbeeld en Vergelijkend Voorbeeld

15 Bij een druk van 1800 kPa werd 44348 kg/h van een oplossing van NH₃ en CO₂ in water waarin zich 38,2 gew.% NH₃ en 21,1 gew.% CO₂ bevond, toegevoerd aan de NH₃-afscheidingszone van een scheidingsinstallatie zoals beschreven in fig. 3, met dit verschil, dat via leiding 32 geen CO₂ aan de NH₃ kolom toegevoerd werd.

20 Na koeling werd uit de NH₃ afscheidingszone 16.959 kg/h vloeibaar NH₃ verkregen. Uit de CO₂-afscheidingszone die, evenals de beide desorptiezones bij een systeemdruk van 3000 kPa werkt, werd een gasmengsel verkregen dat 9400 kg/h CO₂ en een hoeveelheid inert gas bevatte. Uit de bodem van de tweede desorptiezone verkreeg men 17.989
 25 kg/h water dat minder dan 50 ppm ammoniak en kooldioxide bevatte.

Eenzelfde werkwijze werd uitgevoerd, waarbij in plaats van twee desorptiezones slechts één desorptiezone werd gebruikt. Een vergelijking van de totale energieverbruiken voor beide werkwijzen, waarbij uitgegaan werd van hetzelfde zuiveringsresultaat leerde dat de
 30 werkwijze volgens de uitvinding 20% minder energie (stoom) nodig had, dan de bekende werkwijze.

CONCLUSIES

PN 3364

1. Werkwijze voor het afzonderlijk winnen van ammoniak in hoofdzaak vrij van kooldioxide en water alsmede van kooldioxide in hoofdzaak vrij van ammoniak en water uit een mengsel van in hoofdzaak ammoniak en kooldioxide, waarbij men:
 - 5 een ammoniakafgas in hoofdzaak vrij van kooldioxide en water in een ammoniakafscheidingszone bestaande uit een destillatie-of rectificatiezone afscheidt uit een mengsel van ammoniak, kooldioxide en eventueel water en de overblijvende vloeibare fase die ammoniak, kooldioxyde en eventueel water bevat daaruit verwijdt en
 - 10 toevoert aan een kooldioxideafscheidingszone;
een kooldioxideafgas in hoofdzaak vrij van ammoniak en water in de genoemde kooldioxideafscheidingszone bestaande uit een destillatie- of rectificatiezone afscheidt en de overblijvende vloeibare fase die ammoniak, kooldioxide en eventueel water bevat
 - 15 daaruit verwijdt, en aan de kooldioxide-afscheidingszone water of een waterige oplossing toevoert, met het kenmerk, dat men de uit de kooldioxide afscheidingszone verwijderde vloeibare fase toevoert aan een eerste desorptiezone waarin een gasmengsel in hoofdzaak bestaande uit ammoniak, kooldioxide en water en een ver-
 - 20 dunde oplossing van ammoniak, kooldioxide en water gevormd wordt, welke verdunde oplossing gedeeltelijk aan de kooldioxide afscheidingszone en gedeeltelijk aan een tweede desorptiezone toegevoerd wordt, en welke tweede desorptiezone uit de verdunde oplossing nagenoeg alle ammoniak en kooldioxide gedesorbeerd wordt
 - 25 onder vorming van een gasmengsel in hoofdzaak bestaande uit water, ammoniak en kooldioxide, enerzijds, en anderzijds nagenoeg zuiver water.
2. Werkwijze volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat men het gasmengsel afkomstig uit de tweede desorptiezone terugvoert naar
- 30 de eerste desorptiezone.
3. Werkwijze volgens conclusie 2, met het kenmerk, dat men de warmte die benodigd is voor in de eerste en in de tweede desorptiezone volledig toevoert in de tweede desorptie-zone.

8200905

4. Werkwijze volgens een of meer der conclusies 1-3, met het kenmerk, dat men het gasmengsel afkomstig uit de eerste desorptiezone tenminste gedeeltelijk toevoert aan de ammoniakafscheidingszone.
5. Werkwijze volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat men aan de kooldioxideafscheidingszone een hoeveelheid verdunningswater toevoert die 0,2 tot 6 maal zo groot is als de aan deze zone toegevoerde voeding.
6. Werkwijze volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat de systeemdruk in de kooldioxideafscheidingszone hoger is dan in de ammoniakafscheidingszone.

8200905

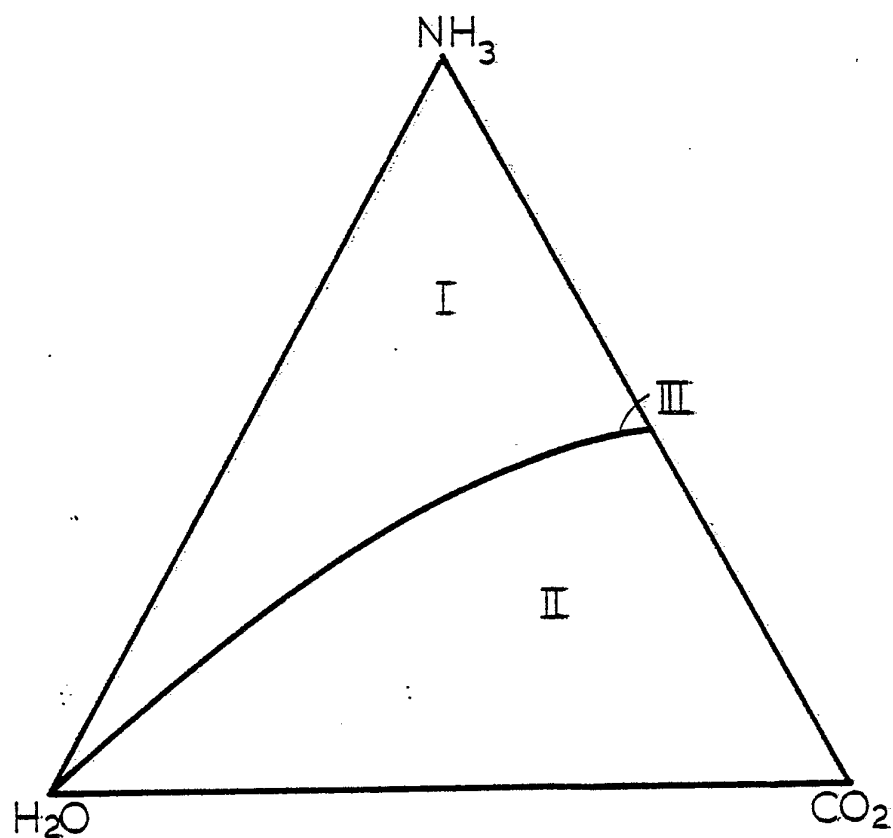


FIG.1

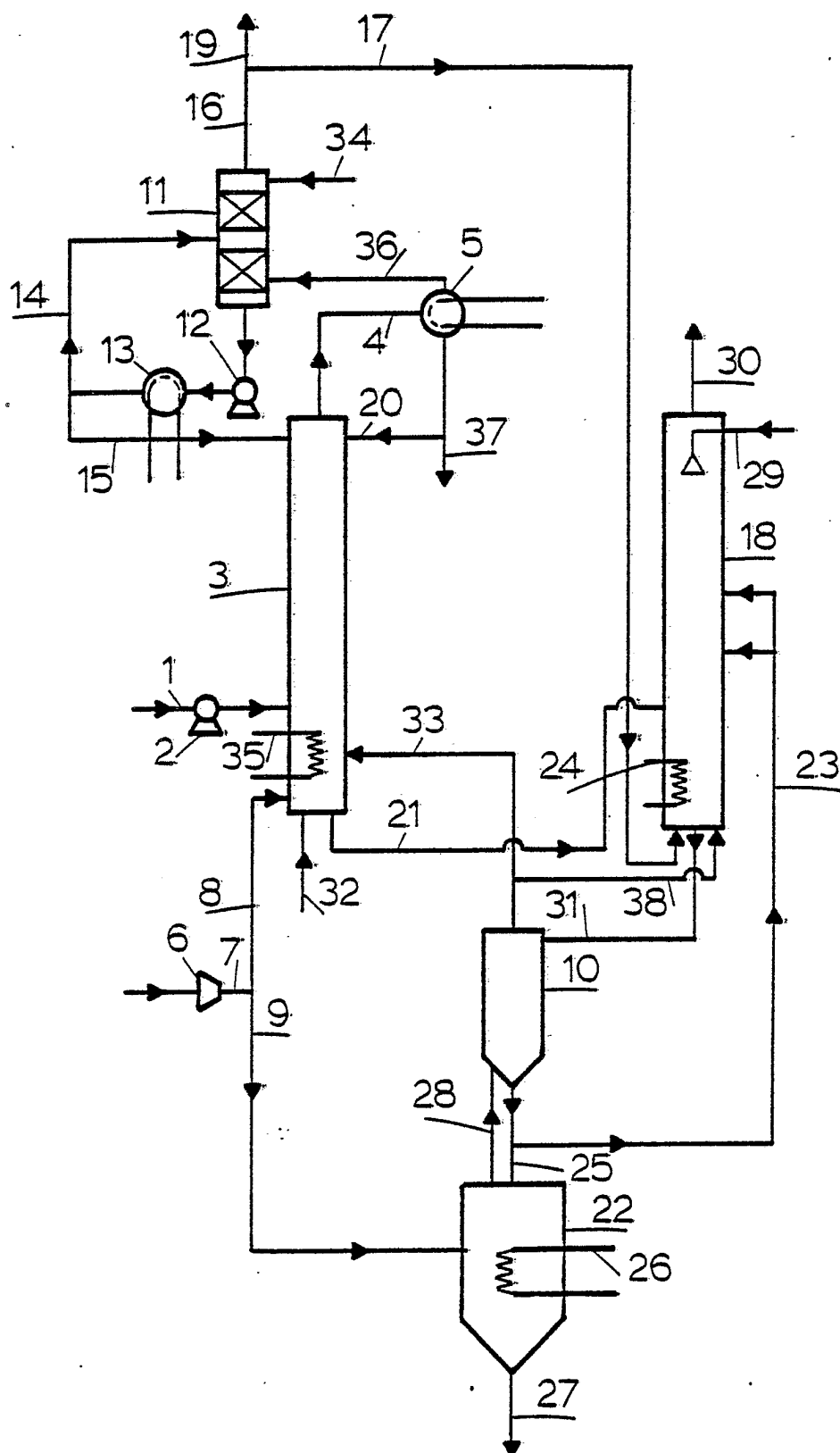


FIG. 2

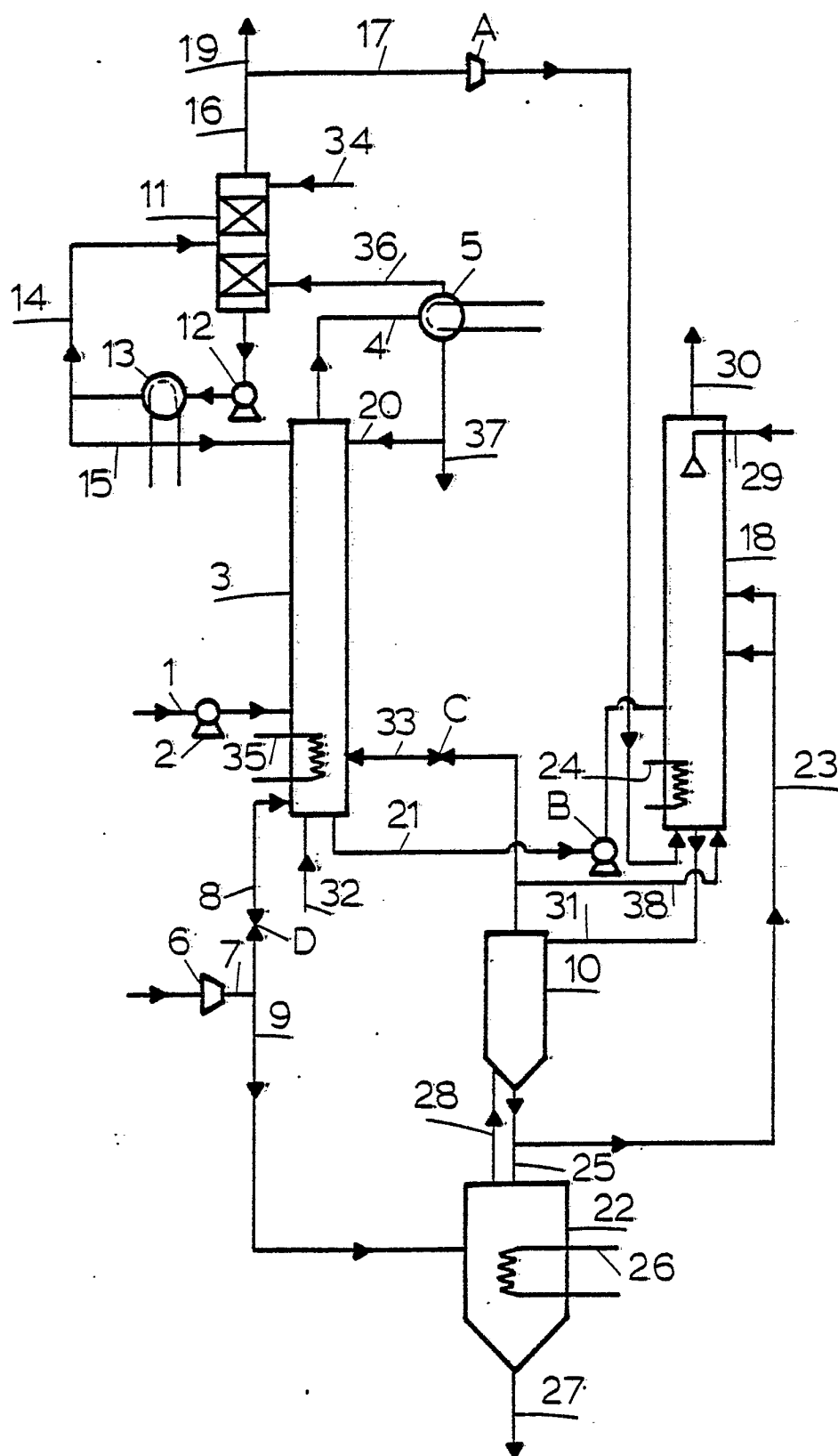


FIG. 3