



(12) 发明专利申请



(10) 申请公布号 CN 118384792 A

(43) 申请公布日 2024.07.26

(21) 申请号 202410107251.3

(22) 申请日 2024.01.25

(30) 优先权数据

102023000001092 2023.01.25 IT

(71) 申请人 普罗曼有限公司

地址 瑞士施维茨

(72) 发明人 A·德阿米西斯 G·迪罗科

R·圣图奇

(74) 专利代理机构 中国贸促会专利商标事务所

有限公司 11038

专利代理师 赵方鲜

(51) Int. Cl.

B01J 3/04 (2006.01)

C07D 251/60 (2006.01)

C07D 251/62 (2006.01)

权利要求书2页 说明书11页 附图3页

(54) 发明名称

由尿素生产三聚氰胺的装置和方法

(57) 摘要

本发明涉及在高压下由尿素生产三聚氰胺的装置和相关方法。

1. 由尿素高压合成三聚氰胺的设备的反应区段, 所述设备包含装置(1), 所述装置(1)具有至少一个优选圆柱形的外围壁(25), 下壁(32')和上壁(32), 所述装置(1)包含三个区段: 第一区段(A), 称作反应区或者反应器, 第二区段(B), 称作分离区或者气体分离器, 和第三区段(C), 称作精制区或者后反应器, 通过所述装置(1), 在区段(A)中产生的粗三聚氰胺液体流连续地流动, 通过连通容器从区段(A)移动到区段(B), 然后从区段(B)移动到区段(C);

所述装置(1)的特征在于:

- 区段(A)或者所述反应器包含槽(2), 所述槽(2)包含第一垂直圆柱形壁(4), 所述槽适于允许由尿素高压合成三聚氰胺;

- 区段C或者所述后反应器包含相对于区段(A)或者所述反应器同心布置的槽(3), 并且所述槽(3)包含第二垂直圆柱形壁(5)和下壁(22), 所述槽(3)在所述区段(A)和所述外围壁(25)之间形成了一定的体积, 所述体积适于确保粗三聚氰胺液体流一定的驻留时间, 所述时间允许汽提 CO_2 和完成反应, 形成纯化的三聚氰胺,

所述第一壁(4)和所述第二壁(5)重合并构成了同一垂直圆柱形元件的两个表面, 所述元件将区段(A)与区段(C)隔开;

- 所述装置(1)的区段(B)或者分离区包含槽(9), 所述槽(9)包含第三壁(6)和第四壁(7), 其在区段(A)和区段(C)之间限定出环形体积, 所述槽(9)是由所述第一壁(4)和所述第二壁(5)构成的所述垂直圆柱形元件的上部(8)支撑的,

其中所述第三壁(6)与所述第一壁(4)的上部重合, 和所述第四壁(7)与所述第二壁(5)的上部重合;

其中所述区段(B)和所述区段(C)还包含分离隔膜(10), 其包含:

- 圆冠(20), 其连接至与所述装置(1)的区段(C)对应的装置的所述外围壁(25)上, 其中所述圆冠(20)适于限定出和界定出所述第三区段(C)的上部或者顶部区段(18), 和

- 垂直圆柱形壁(13), 其从所述圆冠(20)的端部延伸, 与区段(B)对应, 并且适于在所述第二区段(B)中限定出两个区(B')和(B''), 分别称作第一静区(B')和第二静区(B''),

所述第一静区(B')与第一反应区段(A)相邻, 而所述第二静区(B'')与第三精制区段(C)相邻, 所述第一静区(B')适于接收来自反应区(A)的包含含有掺入的 CO_2 、溶解的 CO_2 和中间反应产物的液体三聚氰胺的液相, 和分离掺入所述液相中的大部分 CO_2 , 和所述第二静区(B'')适于分离其余掺入的 CO_2 和将所述粗三聚氰胺液体溶液进料至精制区段C或者后反应器, 所述粗三聚氰胺液体溶液几乎完全不含掺入的 CO_2 , 但是仍含有溶解的 CO_2 和中间反应产物;

所述装置(1)的特征还在于区段(A)的所述槽(2)的上部或者顶部区段(11)包含出口装置(12), 其用于释放来自区段(A)和区段(B')的气相, 和区段(C)的所述槽(3)的所述上部或者顶部区段(18)包含出口装置(14), 其用于释放来自区段(C)和区段(B'')的气相, 区段(A)和(C)的槽(2)、(3)的所述上部或者顶部空间(11)、(18)彼此不直接连通。

2. 根据权利要求1所述的反应区段, 其中所述装置(1)的上壁(32)的一部分与所述圆冠(20)重合。

3. 根据前述权利要求中一项或多项所述的反应区段, 其中所述槽(3)形成了所述区段(A)和所述外围壁(25)之间的环形体积。

4. 根据前述权利要求中一项或多项所述的反应区段,其中所述垂直圆柱形壁(13)从所述圆冠(20)的端部开始延伸,与区段(B)对应,至少部分地处于由所述槽(9)限定的环形体积内。

5. 根据前述权利要求中一项或多项所述的反应区段,其中所述垂直圆柱形壁(13)从所述圆冠(20)的端部开始延伸,与区段(B)对应,至少部分地处于由所述槽(9)限定的环形体积内,低于区段(B)的粗三聚氰胺液体溶液的水平(33)。

6. 根据前述权利要求中一项或多项所述的反应区段,其中所述圆冠(20)界定出所述第三区段(C)和区段(B'')的上部或者顶部区段(18)。

7. 根据前述权利要求中一项或多项所述的反应区段,其中所述分离隔膜10是圆柱形隔膜,其在区段(B)中限定出和界定出两个静区(B')和(B''),所述静区(B')和(B'')具有相同的尺寸或者不同的尺寸,优选所述静区(B'')的尺寸小于所述静区(B')的尺寸,所述隔膜(10)位于区段(B)的所述第四壁(7)附近。

8. 根据前述权利要求中一项或多项所述的反应区段,其中布置所述隔膜(10)使得所述静区(B'')的液相的上表面尺寸是相对于所述静区段(B')的液相的上表面尺寸的约1/3至约1/10,和优选等于约1/8。

9. 根据前述权利要求中一项或多项所述的反应区段,其中用于排来自区段(A)和区段(B')的气相的所述出口装置(12)和用于排来自区段(C)和区段(B'')的气相的所述出口装置(14)是引入到称作连接管道的另外的管道29中的管道。

10. 根据前述权利要求中一项或多项所述的反应区段,其中来自区段(A)和区段(B')的气相的所述出口装置(12)在来自区段(C)和区段(B'')的气相的所述出口装置(14)连接位置的下游连接至连接管道(29),所述下游相对于所述管道(29)中的气相流的移动方向。

11. 根据前述权利要求中一项或多项所述的反应区段,其中所述连接管道(29)是通过单个控制阀(30)控制的,其适于确保通过所述出口装置(12)和通过所述出口装置(14)进料的气相处于相同的压力下。

12. 由尿素高压生产三聚氰胺的方法,其中离开在第一反应区段(A)中由尿素向三聚氰胺的第一合成步骤的粗三聚氰胺液体流在彼此连通并且相对于所述粗三聚氰胺液体流的流动依次布置的至少两个连续区段(B)和(C)中连续流动,其中

在分离区段(B)中,分离粗三聚氰胺液相中掺入的气相或者CO₂是通过以下进行的:保持驻留在两个连续静区(B')和(B'')中,在与所述反应区段(A)相邻、与所述反应区段(A)的气相接触的第一静区(B')中,分离所述液相中掺入的大部分CO₂,和在与区段(C)相邻、与反应区段(C)的气相接触的第二静区(B'')中,分离其余掺入的CO₂;

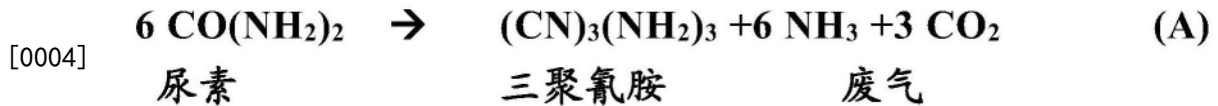
在精制区段(C)或者后反应器中,进行由尿素向三聚氰胺转化的精制,和通过进料至少一种NH₃气流来进行所述粗三聚氰胺液相中溶解的气相的分离,和完成仍掺入在所述液相中的残留气相的分离。

由尿素生产三聚氰胺的装置和方法

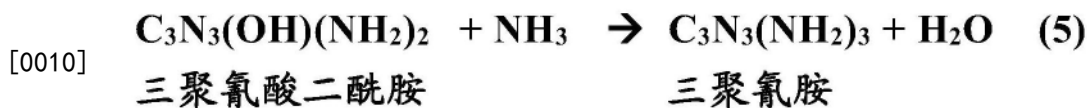
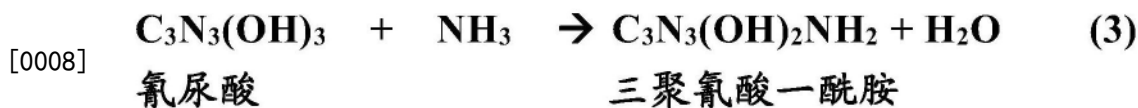
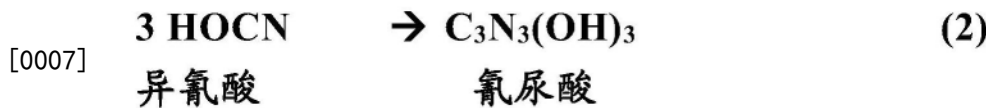
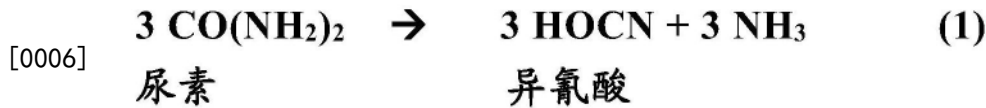
[0001] 本发明涉及由尿素生产三聚氰胺的装置和相关方法。

[0002] 由尿素生产三聚氰胺的方法可在低压下在催化剂存在下进行,或者在高压不使用催化剂来进行。在两种情况中,反应是在360-420°C的温度下进行的,并且是高吸热的。反应热为负值,是约93000千卡/千摩尔生产的三聚氰胺。

[0003] 不管反应压力如何,由尿素转化成三聚氰胺是根据以下整体反应方案进行的:



[0005] 关于在高压下由尿素生产三聚氰胺的方法,认为导致最终形成三聚氰胺的中间反应的最可能的动力学次序如下:



[0012] 通过(1)至(6)的反应相加,获得了整体反应(A)。

[0013] 在最终反应产物中,除了未反应的尿素(若转化率低于100%),会存在一些这类中间产物,特别是三聚氰酸二酰胺和三聚氰酸一酰胺,在下文中用首字母缩写OAT(氧氨基三嗪)简化指示。

[0014] 此外,在反应条件下,产生的三聚氰胺与自身反应消去了氨,转变为高分子量缩合产物(缩聚物),其污染了三聚氰胺本身,降低了其纯度和降低了该方法的整体产率。

[0015] 在反应产物中存在量最多的缩聚物物类是蜜白胺和蜜勒胺。它们是根据以下整体反应方案形成的:

[0023] 除此之外的事实是,由于获得充分混合状态的实际困难,可能发生“旁通(bypass)”现象,其表现为未反应的尿素从反应器中泄漏,甚至在它完全掺入循环物料之前也会发生。

[0024] 在已知技术中,为克服上述缺陷提出的第一个解决方案是提供由尿素生产三聚氰胺的设备的反应区段,其包含反应器,在其中大部分尿素转化成三聚氰胺,和后反应器(也称作精制器或者使用氨的汽提器),在其中完成尿素向三聚氰胺的转化。

[0025] 反应(1)受益于NH₃的低分压:



[0026]



[0027] 而反应(3) - (5)则受益于NH₃的高分压:



[0028]



[0029]



[0030]



[0031] 因此,尽可能多地降低CO₂分压是重要的,以增加NH₃的分压来在后反应器中具有最大的效率。

[0032] 因此,为了使尿素转化为三聚氰胺进行完全,必须尽可能多地消除存在于气相和溶解在包含粗三聚氰胺的液相二者中的CO₂,以使系统中的CO₂分压最小化。

[0033] 在包含反应器和后反应器的反应区段中,从液相中分离反应气体通常在反应器的上部进行,气相在压力控制下排出到此处,而液相进入后反应器,该后反应器在与反应器相同的压力下运行,并且经由适当的管道通过连通容器连接至反应器。

[0034] 为了防止存在于反应器上部的含有高浓度CO₂的气体与液相一起进入后反应器中,在反应器和后反应器之间的连接管道具有至少一个浸没到液相中的端部,由此产生了液压密封,更通常地已知为液压保护。

[0035] 然而,该设备反应区段的此构造,甚至在其最简单的实施方案中,也具有缺陷,因为当液相保持在反应器内形成的反应气体的强力搅拌下时,除了溶解的气体之外,从反应器流动至后反应器的粗三聚氰胺掺入了相当大量的气体(和因此主要是相当大量的CO₂)并将其携带进后反应器中。EP3838398描述了此解决方案的实例,其中含有三聚氰胺的液相(其从反应器流动至后反应器)基本上含有全部(掺入的和溶解的)CO₂,因此,在后反应器中用于除去CO₂的汽提阶段是相当冗长的,这降低了后反应器的效率。

[0036] 为了克服此缺陷,现有技术描述的一些技术还提供了在设备的反应区段中使用反应气体分离器,该分离器位于反应器和后反应器之间,并且经由管道和阀门系统与它们连接,其中来自反应器的液相在到达后反应器之前在分离器中保持静态条件,由此有利于其中掺入气体的释放。

[0037] 该设备的反应区段的此构造虽然允许来自反应器的液体三聚氰胺中掺入气体的

释放,但也具有不利的方面,表现在气体分离器中在液相上方的气相富含 CO_2 ,这对于减少保持溶解在液相中的 CO_2 产生不利干扰,有效减少了与存在和使用气体分离器相关的益处。该设备的反应区段的此构造(其包含反应器/分离器/后反应器)的另一不利方面是需要具有三个在高压和高温下运行的不同的装置件,它们通过也在相同的条件下运行的管道和阀门系统来彼此相连,这需要使用必须耐受苛刻的运行条件的特殊材料,产生了高的系统成本。

[0038] 为了克服上述设备的反应区段构造必需的高成本,已设计了包括将反应器和后反应器在单个装置中组合(ITMI 20081776)的反应区段。然而,在此解决方案中,后反应器的气相与反应器的气相通,因此也富含 CO_2 ,和/或进入后反应器的粗三聚氰胺仍富含溶解的和/或掺入的气体,并随气体夹带过量的 CO_2 ,由此损害了后反应器的效率。

[0039] 本发明的目标是克服现有技术所指示的缺陷,和具体而言,本发明的目标是使得进料至后反应器的粗液体三聚氰胺中掺入和/或溶解的 CO_2 的量最小化,由此提高其效率。

[0040] 因此,本发明首先涉及用于由尿素高压合成三聚氰胺的设备的反应区段,该设备包含装置1,该装置1具有至少外围壁25,下壁32'和上壁32,所述装置1包含三个区段:第一区段A,称作反应区或者反应器,第二区段B,称作分离区或者气体分离器,和第三区段C,称作精制区或者后反应器,通过该装置,区段A中产生的粗三聚氰胺液体流连续地流动,通过连通容器从区段A移动到区段B,然后从区段B移动到区段C;

[0041] 所述装置1的特征在于:

[0042] -区段A或者反应器包含槽2,该槽2包含第一垂直圆柱形壁4,所述槽适于允许由尿素高压合成三聚氰胺;

[0043] -区段C或者后反应器包含相对于区段A或者反应器同心布置的槽3,该槽3包含第二垂直圆柱形壁5和下壁22,所述槽3在所述区段A和所述外围壁25之间形成一定体积,所述体积适于确保粗三聚氰胺液体流一定的驻留时间,该时间允许汽提 CO_2 和完成形成纯化的三聚氰胺的反应,

[0044] 所述第一壁4和所述第二壁5重合,并且构成了同一垂直圆柱形元件的两个表面,该元件将区段A与区段C隔开;

[0045] -装置的区段B或者分离区包含槽9,该槽9包含第三壁6和第四壁7,其限定了区段A和区段C之间的环形体积,所述槽9是由第一壁4和第二壁5构成的垂直圆柱形元件的上部8支撑的,

[0046] 其中所述第三壁6与第一壁4的上部重合,所述第四壁7与第二壁5的上部重合;

[0047] 其中所述区段B和所述区段C还包含分离隔膜10,该隔膜10包含:

[0048] -圆冠20,其连接至与装置1的区段C对应的装置的外围壁25上,其中所述圆冠20适于限定出和界定出所述第三区段C的上部或者顶部区段18,和

[0049] -垂直圆柱形壁13,其从所述圆冠20的端部延伸,与区段(B)对应,并且适于在第二区段B中限定出两个区B'和B'',分别称作第一静区B'和第二静区B'',所述第一静区B'与第一反应区段A相邻,而所述第二静区B''与第三精制区段C相邻,所述第一静区B'适于接收来自反应区A的包含含有掺入的 CO_2 、溶解的 CO_2 和中间反应产物的液体三聚氰胺液相,并且分离掺入液相中的大部分 CO_2 ,和所述第二静区B''适于分离其余掺入的 CO_2 和将所述粗三聚氰胺液体溶液进料至精制区段C或者后反应器,该粗三聚氰胺液体溶液几乎完全不含掺入的

CO₂,但是仍含有溶解的CO₂和中间反应产物;

[0050] 所述装置1的特征还在于区段A的槽2的上部或者顶部区段11包含出口装置12,用于释放来自区段A和区段B'的气相,区段C的槽3的上部或者顶部区段18包含出口装置14,用于释放来自区段C和区段B"的气相,区段A和C的槽2、3的所述上部或者顶部空间11、18彼此不直接连通。

[0051] 在根据本发明的反应区段中,装置1的上壁32的一部分可与所述圆冠20重合。此解决方案是由图2的实施方案表示的。

[0052] 在本说明书中,定义“掺入液相中的大部分CO₂”意味着分离了至少90%的掺入的CO₂,而定义“其余掺入的CO₂”意味着分离了其余约8.5-9.3%的掺入的CO₂。最后,定义“粗三聚氰胺的液体溶液,几乎完全不含掺入的CO₂”指含有最多约0.7-1.5%的掺入的CO₂的三聚氰胺的液体溶液。

[0053] 所述垂直圆柱形壁13优选在所述圆冠20与区段B的所述壁6和7之间延伸。

[0054] 区段A的槽2的上部或者顶部空间11指由高于槽2中的粗三聚氰胺液体溶液的水平33和低于装置1的上壁32所限定出的空间。

[0055] 区段C的槽3的上部或者顶部空间18指由高于槽3中的粗三聚氰胺液体溶液的水平19和低于圆冠20(其因此构成了封闭区段C的槽3的上壁)、通过垂直壁13未浸入到粗三聚氰胺液体溶液中的部分和通过装置1的壁25未浸入到粗三聚氰胺液体溶液中和因此从水平19离开的部分来限定的空间。

[0056] 根据本发明的装置1的所述外围部分25优选是圆柱形的。

[0057] 所述槽3优选在所述区段A和所述外围壁25之间形成环形体积。

[0058] 所述垂直圆柱形壁13优选从所述圆冠20的端部开始延伸,与区段B对应,至少部分地处于由槽9限定的环形体积内,并且更优选低于区段B的槽9中的粗三聚氰胺的液体溶液的水平33。

[0059] 所述圆冠20(其连接至与装置1的区段C对应的装置1的外围壁25上)适于限定出装置1的所述第三区段C和区段B"的上部或者顶部区段18。

[0060] 区段B中的两个静区B'和B"分别布置在与区段A相邻的位置和与区段C相邻的位置处。

[0061] 所述圆冠20优选界定出第三区段C和区段B"的上部或者顶部区段18。

[0062] 因此,分离隔膜10是圆柱形隔膜,其在区段B中限定出和界定出两个静区B'和B",所述静区B'和B"具有相同的尺寸或者不同的尺寸,静区B"优选尺寸小于静区B',隔膜10位于靠近区段B的第四壁7处。

[0063] 隔膜10优选浸入到区段B或者气体分离器的槽9中,并且确保了反应器的气相与后反应器的气相保持分离。

[0064] 布置隔膜10使得静区B"的液相的上表面尺寸为相比于静区B'的液相的上表面尺寸的约1/3至约1/10,优选等于约1/8。

[0065] 在一个实施方案中,第二分离区段B或者气体分离器的所述槽9具有圆柱形形状,具有优选的圆锥形基部,它的顶点是由区段C的槽3的壁5的上端8和区段A的槽2的壁4来支撑的,壁4与壁5重合,并且构成了垂直圆柱形元件。

[0066] 根据本发明的解决方案是特别有利的,因为它使得气相在装置内保持分离,并且

放减少到最小是关键。

[0081] 通过将这种富含 CO_2 的气体从装置的第二区段B向第三区段C的输送降低到最小或者防止这种输送,实际上可减少其在装置的第三区段C或者精制区上部中形成的气相中的存在,从而降低 CO_2 的分压和由此通过在装置的第三区段或者后反应器中用 NH_3 汽提而促进除去溶解的 CO_2 。

[0082] 为了实现上述目标,该装置的第二区段B或者分离区的特征在于在区段本身的槽9的上部存在着两个不同的区B'和B'',分别称作第一静区B'和第二静区B'',由分离隔膜10限定和隔开。

[0083] 此隔膜10(其由圆冠20和垂直壁13构成)在第二区段B的槽9的上部中限定出两个不同的区B'和B'',其中区段B'与第一反应区段A相邻,而区段B''与第三精制区段C相邻。

[0084] 第一静区B'接收来自反应区A的液相,该液相包含含有掺入的 CO_2 、溶解的 CO_2 (其量取决于区段A的气相中 CO_2 的分压)和中间反应产物的液体三聚氰胺,并且分离了该液相中掺入的大部分含有 CO_2 的气体:这由于此事实而成为可能,即第一静区B'的特征在于缺乏液相的湍流循环,而关于溶解的气体的量,由于静区B'位于与区段A相邻的位置,和由于静区B'的气相与区段A的气相接触和因此与后者共通(由富含 CO_2 的反应气体组成),因此,当它们经历气相中相同的分压时,溶解在静区B'的液相中的气体量相对于包含在区段A的液相中的量没有发生变化。

[0085] 然而,在第二静区B''中,分离了仍掺入在液相中的含有 CO_2 的气体,并且减少了溶解在该液相中的气体和从该液相释放的气体的量,并且将粗三聚氰胺的液体溶液(几乎完全不含掺入的 CO_2 ,但是仍含有溶解的 CO_2 和中间反应产物)进料至精制区段C或者后反应器,在这里还通过用 NH_3 汽提除去溶解的 CO_2 ,并且完成残留尿素向三聚氰胺的转化反应;这由于这样的事实而成为可能,即第二静区B''位于与区段C相邻的位置,因此与来自区段C的气相接触,该气相由 NH_3 汽提流组成、贫 CO_2 和因此具有降低的 CO_2 分压,其促进了除去溶解的 CO_2 和完成尿素向三聚氰胺的转化反应。

[0086] 因此,此解决方案是特别有利的,因为它允许在精制区段C中存在着具有显著减少的 CO_2 含量的气相,并且使得粗三聚氰胺液体溶液(几乎完全不含掺入的 CO_2 ,但仍含有少量的溶解的 CO_2 和中间反应产物)能够进料至区段C,从而增加了精制区段C的效率:实际上减少了后反应器中的汽提相,并且该后反应器全部剩余的体积可用于完成尿素向三聚氰胺的转化反应以增加三聚氰胺合成方法的效率。

[0087] 第二区段B的槽9的下部是单个的,并且在与反应区段A相邻的区域和与精制区段C相邻的区域之间不存在差异。

[0088] 区段B的具体构造适于防止气体从区B'向区B''的输送或者在任何情况中将这种输送减少到最少,而液相的输送则不受任何限制。将由粗三聚氰胺组成的液相通过连通容器从装置的第一区段A或者反应器进料至装置的第二区段B(气体分离器)的第一区B',并且此液相然后再次通过连通容器从装置的第二区段B的第一区B'流动到第二区B'';由于整个系统处于等压中,并且区段B的槽9的侧壁6、7达到了相同的高度,因此反应区段A、第二区段B的第一静区B'和第二静区B''中的液相水平处于相同的高度。

[0089] 因此,该装置的第二区段B(即分离区段或者气体分离器)在槽9的上部包含两个不同的驻留区:第一静区B',其接收来自反应区A或者反应器的液相(该液相包含含有掺入的

CO₂、溶解的CO₂和中间反应产物的液体三聚氰胺)和分离该液相中掺入的大部分气体。这种从液相释放的气体与来自第一区段A的由反应气体组成的气相合并。然后,纯化除去了大部分掺入气体的三聚氰胺液相流向第二区段B的第二静区B",在这里分离其余的掺入气体,并且与在第三区段C或者后反应器中形成的气相合并。粗三聚氰胺(其几乎完全不含掺入的气体,但仍含有溶解的CO₂和中间反应产物)由于溢流而进入装置1的第三区段C或者后反应器的槽3中。

[0090] 气相(其是在第三区段C中形成的,并且向其中合并了在第二静区B"中分离的所述残留掺入气体)由汽提NH₃组成,其进料至第三区段C的槽3的下部,通过所述槽3上升,与由于溢流而从第二区段B的槽9的第二静区B"流出的三聚氰胺相遇,进入到第三区段C的槽3的上部并朝着第三区段C的槽3的下部下降,由此遇到从下面上升的逆流的汽提NH₃。该汽提NH₃除去了粗三聚氰胺液体流中溶解的CO₂,并且将其携带到第三区段C或者后反应器的槽3的上部,由此形成了后反应器的气相。

[0091] 第一静区B'接收来自反应区A的液相,该液相包含含有掺入的CO₂、溶解的CO₂(其量取决于区段A的气相中CO₂的分压)和中间反应产物的液体三聚氰胺,并且分离该液相中掺入的大部分含有CO₂的气体:这由于这样的事实而成为可能,即第一静区B'的特征在于缺乏液相的湍流循环,而关于溶解的气体的量,由于静区B'位于与区段A相邻的位置,和由于静区B'的气相与区段A的气相接触和因此与后者共通(由富含CO₂的反应气体组成),因此当它们经历了气相中相同的分压时,溶解在静区B'的液相中的气体量相对于区段A的液相中含有的量没有发生变化。

[0092] 然而,在第二静区B"中,分离了仍掺入在液相中的含有CO₂的气体,并且减少了溶解在该液相中的气体和从该液相释放的气体的量,并且将粗三聚氰胺的液体溶液(其几乎完全不含掺入的CO₂,但是仍含有溶解的CO₂和中间反应产物)进料至精制区段C或者后反应器,在这里还通过用NH₃汽提除去溶解的CO₂,并且完成残留尿素向三聚氰胺的转化反应;这由于这样的事实而成为可能,即第二静区B"位于与区段C相邻的位置,因此与来自区段C的气相接触,该气相由NH₃汽提流组成、贫CO₂并因此具有降低的CO₂分压,其促进了除去溶解的CO₂和完成尿素向三聚氰胺的转化反应。

[0093] 区段B或者气体分离器还可在侧壁7的下部设置排水孔,该侧壁将区段B与区段C或者后反应器分离,所述排水孔使得区段B的槽9在装置1的停工期间排空。如已指示的,这些孔布置在区段C或者后反应器的侧面上,以避免来自反应器区段A的反应气体可能进入到区段B或者气体分离器中。

[0094] 区段C或者后反应器包含具有垂直圆柱形密封的槽3,其位于反应器A的管束的外部,并且固定到外围壁25的下部,这确保了密封以防止反应器A的液相进入后反应器C的下部或者其尾部区段。所述区段C在区段A的槽2周围形成了基本上环形的体积,来确保适于获得CO₂汽提和完成形成纯化的三聚氰胺的反应的驻留时间,该纯化的三聚氰胺是通过带有水平控制阀的管道来从后反应器的底部提取的。

[0095] 更具体而言,区段C或者后反应器包含:

[0096] -垂直圆柱形密封槽3;

[0097] -热夹套16,优选具有熔融盐,其布置在相对于所述垂直圆柱形槽的外部;

[0098] -多块设有通孔的板17,所述板17以相互垂直间隔的构造彼此上下排列,来在密封

槽内界定出多个区段,各个区段通过所述通孔与相邻区段连通;

[0099] -后反应器的密封槽3的顶部区段18,所述顶部区段18是由粗三聚氰胺液相的水平19和后反应器C的密封槽3的上壁之间以及该液相的水平19和该上壁之间的圆柱形侧壁25限定的,该上壁与圆冠20重合,还可与装置1的上壁32的对应部分重合;

[0100] -密封槽3的尾部区段21,所述尾部区段21是由所述多块板的下板17和槽3的下壁22之间以及所述多块板的下板17和所述下壁22之间包括的圆柱形侧壁部分25限定的;

[0101] -在顶部区段18和尾部区段21之间的一个或多个中间区段,其限定了精制区;

[0102] -与顶部区段18相邻的中间区段和至少与之相邻的区段,其限定了CO₂汽提区;

[0103] -所述后反应器的槽3内的NH₃气流的入口装置23,其布置在顶部区段18下面的任何区段中,优选处于与槽3的尾部区段21相邻的区段中;

[0104] -来自所述后反应器C的槽3内的纯化的三聚氰胺的出口装置24,其布置在槽3的尾部区段21中。

[0105] 术语“多块板”指至少两块板,而术语“多个区段”指至少三个区段,因为由板限定的区段数总是比板数多一个单位。

[0106] 后反应器槽3的尾部区段21指后反应器C的密封槽3的区段,其由多块板的下板17、后反应器C的密封槽的下壁22和在所述下板和下壁22之间包括的圆柱形侧壁25的部分来限定,因此布置在设有通孔的下板17的下方。

[0107] 因此,板17在后反应器C的密封槽3中限定出一系列连续的区段,液体流通过这些区段向下游流动,并且NH₃气流向上游流动。

[0108] 气体分离器B和后反应器C以反应器A下游所指示次序布置,在其中进行了由尿素来生产三聚氰胺的方法的第一反应步骤,所述第一步骤是尿素的热解反应,通常根据现有技术已知的方法在单轴反应器中进行,例如在US'294和US'074中描述的。

[0109] 参照反应器、分离器和后反应器位置的术语“下游”指示相对于液相或者粗三聚氰胺流移动方向的相关位置,然后,该粗三聚氰胺流从反应器A(其在此处合成)移动到分离器B,并且最后从分离器B移动到后反应器C。

[0110] 在由尿素生产三聚氰胺的方法的第一步骤中生产并且如前述流经气体分离器B的粗三聚氰胺液体流在后反应器C内流动。

[0111] 具体而言,后反应器C包含用于液体三聚氰胺流的出口装置24和用于气相的出口装置14,这些装置将液相的水平以及气相压力保持恒定。

[0112] 纯化的三聚氰胺是经由具有水平控制阀26的管道24从后反应器C的底部提取的。

[0113] 后反应器C的槽3内的NH₃气流的入口装置27优选包含分配器装置23。

[0114] 还可存在热夹套16,优选具有熔融盐,其布置在相对于后反应器C的垂直圆柱形密封槽3的外部,设有用于加热流体(图中未示出)的入口和出口装置,并且特征在于在加热流体的入口温度和出口温度之间存在着 ΔT ,其对应于供应至后反应器C的热量。

[0115] 如上所述,后反应器C的槽3的顶部区段18和尾部区段21之间的两个或者更多个中间区段限定了精制区,在其中同时发生了热解中间体(基本上是OAT)向三聚氰胺的转化反应(从而增加了选择性)和未反应的尿素向三聚氰胺的转化反应(从而增加了产率)。

[0116] 后反应器可设置有多块穿孔板,数目为3至40,并且这些板在后反应器本身的密封槽中限定了4至41个区段,优选穿孔板的数目为4至20,和在该后反应器的密封槽中限定了5

至21个区段。

[0117] 根据本发明的装置1的特征还在于区段A的槽2的上部或者顶部区段11包含出口装置12,用于排出来自区段A和区段B'的气相,和区段C的槽3的上部或者顶部区段18包含出口装置14,用于排出来自区段C和区段B"的气相,区段A和区段C的槽2、3的所述上部或者顶部空间11、18彼此不直接连通。

[0118] 后反应器C的槽3的顶部区段18包含一个或多个气相出口点28,其通过管道14(其进入称作连接管道的另一管道29中)连接至根据本发明的装置1的外侧。

[0119] 来自区段A或者反应器的气相也到达了此连接管道29:更具体而言,反应器A的槽2的顶部区段11包含一个或多个气相出口点34,其通过管道12(其又连接至连接管道29)连接至根据本发明的装置1的外侧。气相由此在连接管道29中合并,然后通过装置1的压力控制阀30送入设备31(图中未示出)的下游区段,用于随后必要的处理。

[0120] 由于在连接管道29中,将分别来自反应器A的槽2和区域B'以及来自后反应器C的槽3和区域B"的两股气相合并,和通过单个控制阀30控制,根据本发明的装置1确保了两股气相处于相同的压力下。

[0121] 来自区段A或者反应器的槽2的气相出口装置12在相对于区段C的槽3的气相出口装置14的连接位置的下游连接至连接管道29:这避免了CO₂返回到来自区段C或者后反应器的气相中,确保了将气相流导向压力控制阀30(其是该系统唯一的出口点)。

[0122] 术语“下游”应视为相对于气相(流体)在连接管道29中的移动方向。

[0123] 图3图示了图1的细节,其中相同的元件用与图1相同的数字指示。分离区段B的槽9内的箭头F示出了粗三聚氰胺液相的路径。分别在区段A、B和C的槽2、3和9中的垂直箭头、在管道12和14中的垂直箭头和连接管道29中的水平箭头表示移动离开粗三聚氰胺液相的气体和从根据本发明的装置1中出去的气体。

[0124] 根据本发明的设备和方法具有多个优点,特别是:

[0125] -可消除粗三聚氰胺流中掺入的CO₂和溶解的CO₂二者,从而增加三聚氰胺合成方法的选择性;

[0126] -也就是说,可在精制区段C中具有CO₂含量非常低的气相,和进料粗三聚氰胺液体溶液(其几乎完全不含掺入的CO₂,含有减少量的溶解的CO₂和中间反应产物),从而增加了精制区段C的效率:实际上减少了后反应器中的汽提相,并且后反应器全部的其余体积可用于完成由尿素向三聚氰胺的转化反应,从而增加了该三聚氰胺合成方法的效率;

[0127] -可将气相在该装置中保持分离和具体地在反应区段(A)或者反应器和精制区段(C)或者后反应器之间保持分离,还向后者中进料粗液体三聚氰胺(其中掺入和/或溶解CO₂的量是最小的);

[0128] -可减少转化反应产物在后反应器中的返混现象,从而增加了转化率和因此减少了必需的反应体积且具有相同产率;

[0129] -可在单个和紧凑型装置中生产高纯度(高于99.9%)三聚氰胺,极大地降低了投资成本;

[0130] -与此设备相关的显著更低的成本,在其中设计了单个装置,其包含所述三个区段,而不是具有三个不同装置件的设备,同时极大地减少必需的空间;

[0131] -在有限空间的情况中,根据本发明的装置允许用具有上述明显优势的包含反应

器-分离器-后反应器的系统来代替反应器；

[0132] -该装置还可相对容易地整合到现有系统中,不论所采取的构造(改造)类型如何。

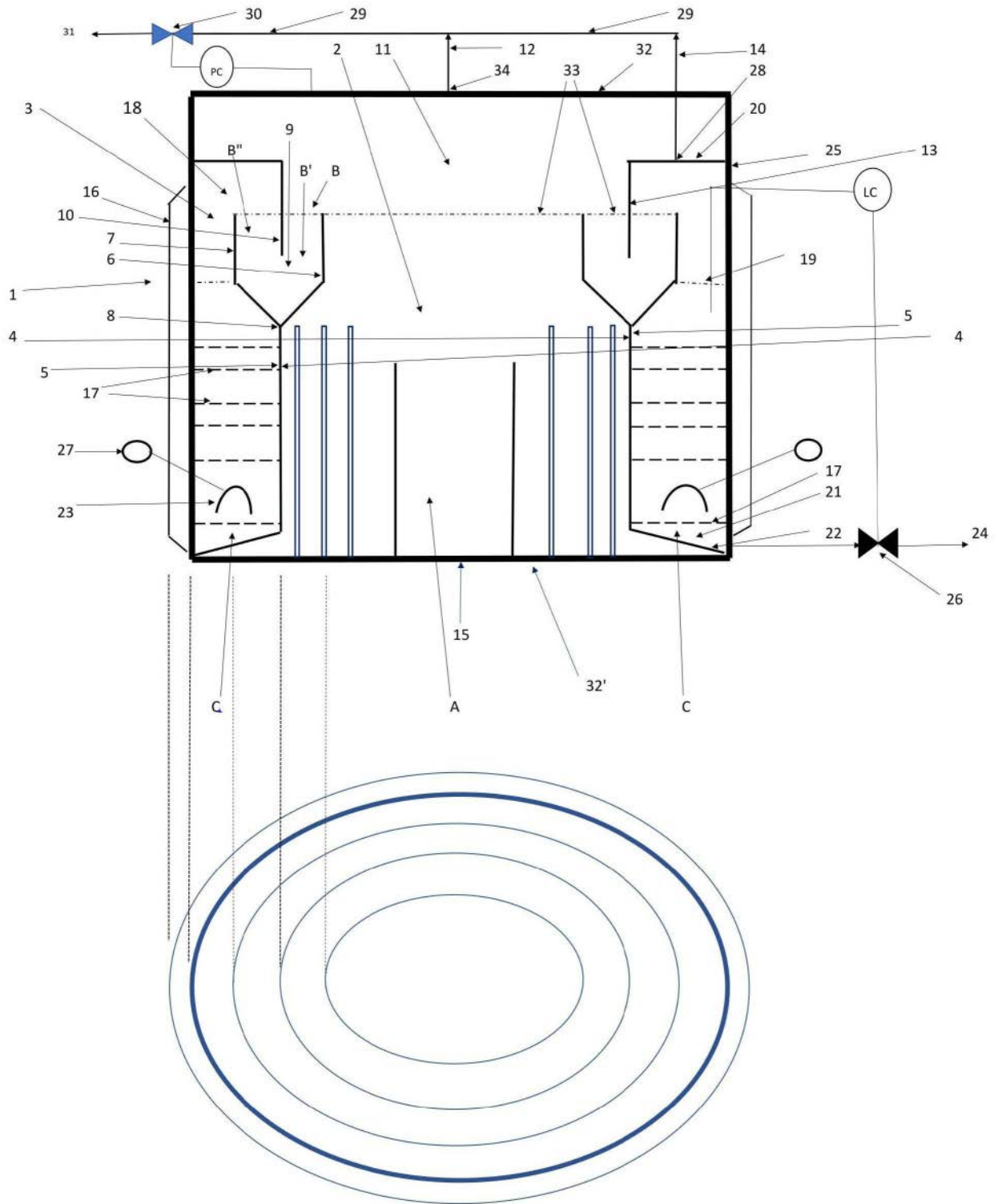


图1

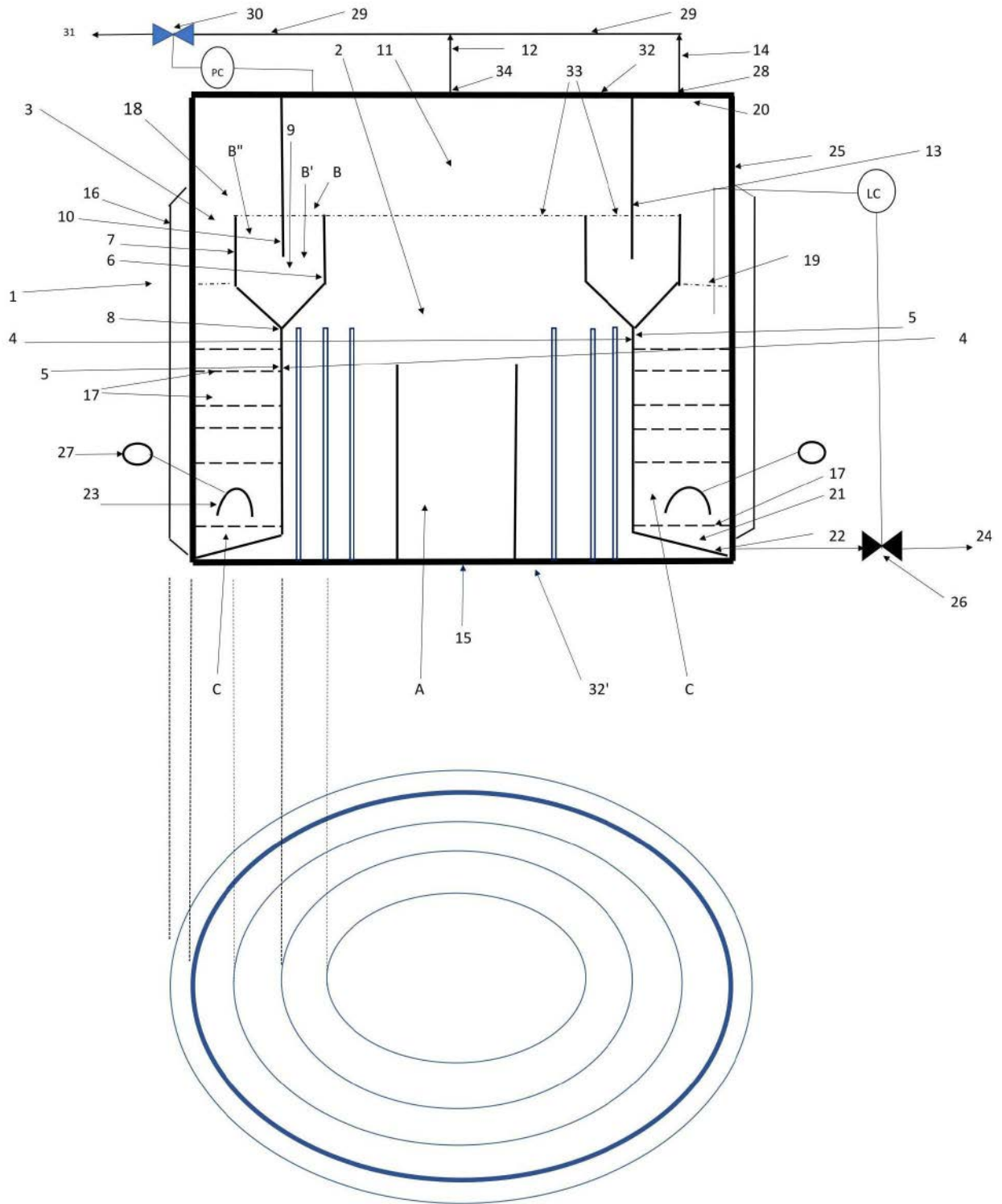


图2

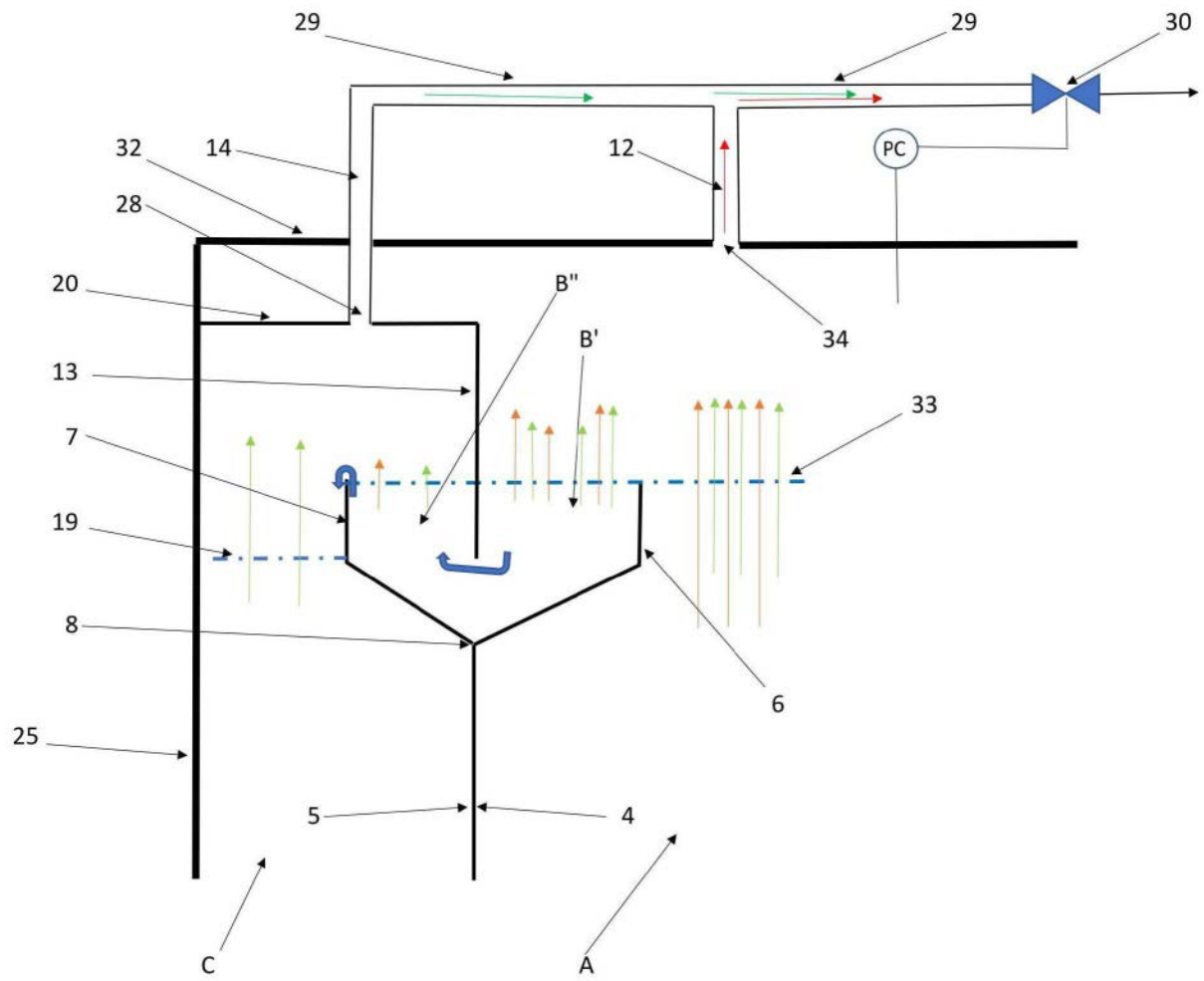


图3