



⁽¹²⁾A **Terinzagelegging** ⁽¹¹⁾ **8304211**

Nederland

⁽¹⁹⁾ NL

-
- ⁽⁵⁴⁾ **Werkwijze voor het concentreren tot een praktisch watervrije smelt van een reeds geconcentreerde ureumoplossing.**
- ⁽⁵¹⁾ Int.Cl⁴.: C07C 126/08// C05C 7/00.
- ⁽⁷¹⁾ Aanvrager: Unie van Kunstmestfabrieken B.V. te Utrecht.
- ⁽⁷⁴⁾ Gem.: Dr. H.B. van Leeuwen c.s.
Octrooibureau DSM
Postbus 9
6160 MA Geleen.

-
- ⁽²¹⁾ Aanvraag Nr. 8304211.
- ⁽²²⁾ Ingediend 7 december 1983.
- ⁽³²⁾ --
- ⁽³³⁾ --
- ⁽³¹⁾ --
- ⁽⁶²⁾ --

-
- ⁽⁴³⁾ Ter inzage gelegd 1 juli 1985.

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

Unie van Kunstmestfabrieken B.V.

Uitvinder: Cornelis Verweel te Geleen

-1-

PN 3517

WERKWIJZE VOOR HET CONCENTREREN TOT EEN PRACTISCH WATERVRIJE
SMELT VAN EEN REEDS GECONCENTREERDE UREUMOPLOSSING

De uitvinding heeft betrekking op een werkwijze voor het concentreren tot een practisch watervrije smelt van een reeds geconcentreerde ureumoplossing.

- Bij de bereiding van ureum uit kooldioxide en een overmaat ammoniak wordt in het synthesegedeelte eerst een carbamaat en vrije ammoniak bevattende ureumsyntheseoplossing gevormd. De carbamaat wordt ontleed in ammoniak en kooldioxide en de ontledingsprodukten samen met een deel van de in de oplossing aanwezige ammoniak en water in een aantal trappen uit de oplossing verwijderd. Hierbij wordt uiteindelijk een ureumoplossing in water verkregen welke ongeveer 70-75 gewichtsprocent ureum bevat en waarin nog ammoniak en kooldioxide aanwezig zijn. Voor bemestingsdoeleinden en toepassing in de harsenfabricage is deze oplossing niet geschikt. Ze moet als regel eerst verwerkt worden tot vaste ureum. Hierbij worden de ca. 25-30 gewichtsprocent water en de nog aanwezige ammoniak en kooldioxide verwijderd door indampen, ofwel men laat ureum uit de oplossing uitkristalliseren en smelt de kristallen, waarna de verkregen ureumsmelt omgezet wordt in korrelvorm. Aangezien bij het blootstellen van ureumoplossingen aan hoge temperaturen ontleding van ureum en vorming van biureet optreden, welk biureet zowel bij toepassing van ureum voor bemestingsdoeleinden alsook voor harsenfabricage ongewenst is, voert men als regel het indampen van ureumoplossingen uit onder verlaagde druk om excessief hoge indamptemperaturen te vermijden. Bovendien voert men op economische gronden het indampproces veelal in twee of meer trappen uit, waarbij in de eerste trap(pen) bij een matig verlaagde druk het meren-

8304211

deel van het aanwezige water wordt verwijderd, waarna het indampen in de laatste trap onder een aanmerkelijk sterker verlaagde druk wordt voortgezet tot een praktisch watervrije ureumsmelt verkregen wordt welke minder dan 0,5 gewichtsprocent water bevat.

- 5 Indien een ureumoplossing of vaste ureum met een zeer laag biureetgehalte, bijvoorbeeld een biureetgehalte beneden 0,3 gewichtsprocent, gewenst is, laat men ureum uitkristalliseren uit een matig geconcentreerde oplossing, bijvoorbeeld 70-85 gewichtsprocentige ureumoplossing, en smelt men de verkregen kristallen. Afhankelijk van
10 de aan de kristallen hechtende hoeveelheid vloeistof, die met de kristallen aan de smeltinrichting wordt toegevoerd, worden hierbij ureumoplossingen verkregen die 1-2 gewichtsprocent water bevatten. Voor het verkrijgen van niet samenbakkende ureumkorrels is het gewenst het watergehalte van de verkregen oplossing, voordat men deze verder
15 verwerkt, te verlagen tot beneden 0,5 gewichtsprocent.

- Uit het Amerikaanse octrooischrift 3.171.770 is een tweetraps indampproces voor ureumoplossingen bekend, waarbij in de eerste trap bij een druk boven 200 mm Hg (0,267 bar) de oplossingen geconcentreerd worden tot 87-96 gewichtsprocent ureum, waarna in de tweede trap bij
20 een druk beneden 100 mm Hg (0,133 bar), bij voorkeur tussen 50 en 80 mm Hg (0,067-0,107 bar), verder indampen plaats heeft tot een watergehalte beneden 0,5 gewichtsprocent bij temperaturen beneden 145°C. In de huidige praktijk past men in de tweede indamptrap meestal lagere drukken toe, bijvoorbeeld ongeveer 0,03 bar.

- 25 De tijdens het indampen vrijkomende waterdamp, welke een deel van de in de in te dampen ureumoplossing nog aanwezige ammoniak en kooldioxide bevat, moet met het oog op de terugwinning van deze ammoniak en kooldioxide gecondenseerd worden, daar het zonder meer afvoeren van deze waterdamp in de buitenlucht verliezen aan grondstoffen voor het ureumproces met zich mee zou brengen en tevens het milieu
30 in niet aanvaardbare mate zou worden verontreinigd. Bij een in de laatste indamptrap toegepaste druk van ongeveer 0,03 bar is het echter niet mogelijk de waterdamp die uit deze trap wordt afgevoerd te condenseren door directe koeling met koelwater van bijvoorbeeld 25-40°C,
35 aangezien de dampspanning van dit koelwater vrijwel gelijk is aan of

8304211

zelfs hoger is dan de druk van de afgescheiden waterdamp. Met het oog op genoemde condensatie van de waterdamp met behulp van koelwater, zal men daarom de druk van de in de tweede indamptrap afgescheiden waterdamp moeten verhogen tot een waarde welke duidelijk boven de dampspanning van het voorhanden zijnde koelwater ligt. In de praktijk 5 geschiedt dit veelal doordat men lagedrukstoom laat expanderen met behulp van een ejecteur, waarbij door de hierbij vrijkomende expansie-energie in de indampruimte de gewenste verlaagde druk gecreëerd wordt en de uit de oplossing afgescheiden waterdamp verwijderd wordt, welke 10 waterdamp daarbij tevens tot de druk van de geëxpandeerde lagedrukstoom gecomprimeerd wordt. Met het oog op de steeds stijgende energieprijzen is het echter gewenst de in het indampproces benodigde hoeveelheid stoom te verminderen.

Doel van de uitvinding is te voorzien in een concentreringsproces voor ureumoplossingen waarbij, vergeleken met de bekende processen, de benodigde hoeveelheid stoom aanmerkelijk wordt verminderd. Dit wordt volgens de uitvinding hierdoor bereikt dat men in de laatste concentreringsstap een hogere druk toepast dan gebruikelijk en vervolgens in een afzonderlijke stap een groot deel van het in de 20 gedeeltelijk geconcentreerde ureumoplossing nog aanwezige water verwijdert door de oplossing te expanderen in een expansieruimte en de bij de expansie uit de oplossing vrijkomende waterdamp af te voeren. Indien de gedeeltelijk geconcentreerde ureumoplossing is verkregen door smelten van vochtige ureumkristallen, kan men als regel volstaan 25 met de verkregen oplossing te laten expanderen, zonder dat een verdere voorafgaande concentreringsstap noodzakelijk is.

De uitvinding heeft derhalve betrekking op een werkwijze voor het concentreren van een gedeeltelijk geconcentreerde ureumoplossing, welke werkwijze hierdoor is gekenmerkt, dat men een door indampen bij 30 een druk tussen 0,067 en 0,133 bar verkregen ureumoplossing, of een door smelten van vochtige ureumkristallen verkregen ureumoplossing, die ten minste 98 gewichtsprocent ureum bevat, laat expanderen tot een druk tussen 0,013 en 0,067 bar en de vrijkomende waterdamp verwijdert.

De ten minste 98 gewichtsprocentige ureumoplossing kan op 35 bekende manier worden verkregen, bijvoorbeeld door indampen in een of

8304211

meer trappen van verdunde ureumoplossingen, of door smelten van ureumkristallen die nog vloeistof uit het kristallisatieproces bevatten.

- De druk tot welke men de reeds geconcentreerde ureumoplossing laat expanderen kan variëren tussen 0,067 en 0,013 bar. Drukken buiten
- 5 dit traject kunnen eveneens worden toegepast. Echter wanneer men een ureumoplossing die tenminste 98 gewichtsprocent ureum bevat laat expanderen tot een druk boven 0,067 bar, is de hoeveelheid waterdamp die afgescheiden wordt uiterst klein, terwijl wanneer men de oplossing laat expanderen tot een druk beneden 0,013 bar oneconomisch grote
- 10 hoeveelheden lagedrukstoom nodig zijn voor het in stand houden van de verlaagde druk. Bij voorkeur laat men de ureumoplossing expanderen tot een druk tussen 0,020 en 0,033 bar, aangezien in dit traject een goede afscheiding van waterdamp verkregen wordt zonder dat er buitensporig grote hoeveelheden lagedrukstoom nodig zijn voor het instandhouden van
- 15 de verlaagde druk. De afgescheiden waterdamp, welke door de werking van de ejecteur waarmee de verlaagde druk in de expansieruimte wordt onderhouden wordt gecompriëerd, kan bijvoorbeeld in de dampkamer van de laatste indamptrap of in de condensatie-inrichting behorende bij deze trap worden geleid.
- 20 Gebleken is, dat bij het op deze wijze concentreren van een ureumoplossing tot een praktisch watervrije smelt de benodigde hoeveelheid lagedrukstoom aanmerkelijk lager is dan de hoeveelheid benodigd bij het indampen volgens de bekende werkwijze. Tengevolge van de geringere warmtebehoefte kan bovendien in de laatste indamptrap
- 25 volstaan worden met een kleiner verwarmend oppervlak en een kleinere dampafscheider, zodat deze trap kleiner uitgevoerd kan worden. Tevens wordt bij het condenseren van het afgevoerde stoom-damp-mengsel aanmerkelijk minder procescondensaat gevormd, zodat eveneens de apparatuur en de hoeveelheid energie nodig voor de opwerking hiervan kleiner
- 30 is. Daartegenover staat dat een ejecteur en een expansieruimte nodig zijn voor de afzonderlijke expansiestap, doch de kosten hiervan worden ruimschoots gecompenseerd door de verkregen voordelen.

De uitvinding zal worden toegelicht aan de hand van de figuur en de voorbeelden, zonder echter hiertoe beperkt te zijn.

- 35 In de figuur zijn met 1 en 2 respectievelijk de verhitter en

8304211

de dampafscheider van een verdamper weergegeven, welke als laatste indamptrap voor een te concentreren ureumoplossing fungeert. Met 3 is aangeduid een ejecteur welke de verlaagde druk in deze indamptrap onderhoudt. Met 4 is aangegeven een expansievat, met 5 een expansieklep en met 6 een ejecteur waarmee in het expansievat 4 een druk beneden 0,067 bar, bijvoorbeeld 0,025 bar, wordt onderhouden. Een condensatie-inrichting is aangegeven met 7.

De reeds vrij geconcentreerde ureumoplossing, bijvoorbeeld een 93-95 gewichtsprocentige oplossing, wordt via 16 in de verhitter 1 van de laatste indamptrap geleid, welke bijvoorbeeld verhit wordt met lagedrukstoom of een hiervoor geschikte processtroom. Uit het beneden-deel van de dampruimte 2 wordt via 8 de tot een concentratie van meer dan 98 gewichtsprocent ureum, bijvoorbeeld 99,2 gewichtsprocent, geconcentreerde oplossing afgevoerd. Deze oplossing wordt via de expansieklep 5 geleid in het expansievat 4, de bij de expansie gevormde waterdamp wordt via 10 aangezogen door de ejecteur 6, welke aangedreven wordt door via 14 aangevoerde lagedrukstoom, waarbij het verkregen mengsel van geëxpandeerde lagedrukstoom en vrijgekomen waterdamp op de druk van de laatste indamptrap wordt gebracht en via 15 in de dampafscheider 2 geleid wordt.

De verkregen ureumsmelt welke minder dan 0,5 gewichtsprocent water bevat, bijvoorbeeld 0,3 gewichtsprocent, wordt via 9 afgevoerd, bijvoorbeeld naar een niet-getekende vormgevingsinstallatie. De in de dampafscheider 2 uit de ingedampte oplossing afgescheiden waterdamp en het via 15 in deze afscheider gevoerde mengsel van stoom en waterdamp worden via 11 aangezogen door de ejecteur 3, welke aangedreven wordt door via 12 aangevoerde lagedrukstoom, waarbij in de indamper een gebruikelijk vacuum van bijvoorbeeld 0,067 - 0,107 bar, gecreëerd wordt. Het mengsel van via 11 aangezogen waterdamp en via 12 toegevoerde lagedrukstoom wordt hierbij gebracht op een druk hoger dan 0,11 bar, zodat condensatie met koelwater van bijvoorbeeld ca. 30°C mogelijk is. Het uit de ejecteur 3 stromende mengsel wordt hiertoe via 13 afgevoerd naar de condensatie-inrichting 7. Het condensaat wordt via 17 afgevoerd. Het is eveneens mogelijk de condensatie-inrichting 7 te schakelen tussen de dampafscheider 2 en de ejecteur 3.

8304211

Voorbeeld I

Met de werkwijze volgens de uitvinding wordt een ureumoplossing welke 5,5 gew.% water bevat, ingedampt tot een ureumsmelt met 0,3 gew.% water. Per uur worden 47.928 kg ureumoplossing met een temperatuur van 130°C in de indamper geleid, waarin de druk door middel van een door stoom aangedreven ejecteur 3 op 0,077 bar gehouden wordt. De uit de indamper afgevoerde ureumoplossing heeft een temperatuur van 140°C en bevat nog 0,78 gew.% water. De oplossing wordt in het expansievat 4 geleid, waarin met behulp van ejecteur 6 een druk van 0,025 bar wordt gehandhaafd. Als gevolg van de drukverlaging daalt de temperatuur tot 135°C. Uit het expansievat worden 45.133 kg ureumsmelt, welke nog 0,3 gew.% water bevat, afgevoerd. Voor het onderhouden van het vacuum van 0,025 bar in de expansieruimte en het comprimeren van de waterdamp tot 0,077 bar met behulp van de ejecteur 6 moeten hieraan 560 kg lagedrukstoom van 4 bar toegevoerd worden. Voor het onderhouden van het vacuum van 0,077 bar in de indamper en het comprimeren van de afgevoerde waterdamp tot 0,113 bar zijn nodig 1960 kg lagedrukstoom van 4 bar. In totaal zijn dus nodig 2520 kg lagedrukstoom van 4 bar.

20 Voorbeeld II (vergelijkingsvoorbeeld)

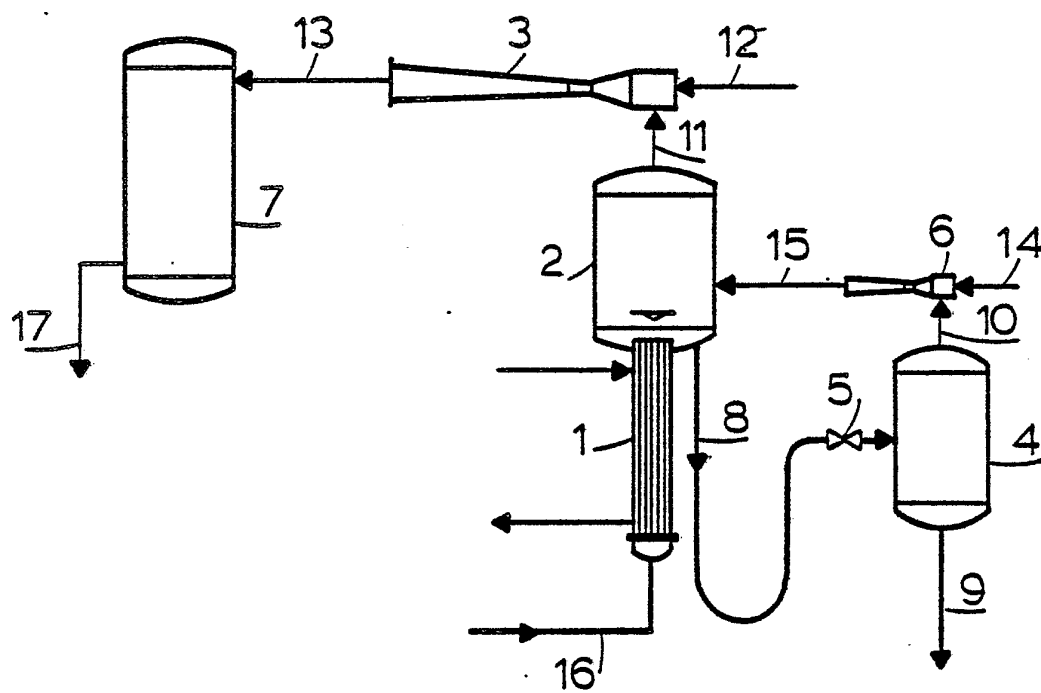
Een gelijke hoeveelheid ureumoplossing van dezelfde concentratie en temperatuur als beschreven in voorbeeld I wordt tot een watergehalte van eveneens 0,3 gewichtsprocent ingedampt in een bij 0,033 bar bedreven indamper, zonder toepassing van de maatregel volgens de uitvinding. Het vacuum wordt onderhouden door een ejecteur. Uit de indamper worden 45.133 kg ureumsmelt afgevoerd met een temperatuur van 140°C en 2813 kg van een hoofdzakelijk uit waterdamp bestaand dampmengsel. Voor het onderhouden van het vacuum zijn nodig 5.389 kg lagedrukstoom van 4 bar.

8304211

C O N C L U S I E S

1. Werkwijze voor het concentreren tot een praktisch watervrije smelt van een gedeeltelijk geconcentreerde ureumoplossing, met het kenmerk, dat men een door indampen bij een druk tussen 0,067 en 0,133 bar verkregen ureumoplossing, of een door smelten van vochtige ureumkristallen verkregen ureumoplossing, die ten minste 98 gewichtsprocent ureum bevat, laat expanderen tot een druk tussen 0,013 en 0,067 bar en de vrijkomende waterdamp verwijdert.
2. Werkwijze volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat men de ureumoplossing laat expanderen tot een druk tussen 0,020 en 0,033 bar.
- 10 3. Werkwijze volgens conclusie 1 of 2, met het kenmerk, dat men de bij de expansie vrijkomende waterdamp comprimeert en in de condensatie-inrichting behorende bij de laatste indamptrap leidt.
4. Werkwijze volgens conclusie 1 of 2, met het kenmerk, dat men de bij de expansie vrijkomende waterdamp comprimeert en in de dampafscheidingsruimte van de laatste indamptrap leidt.
- 15 5. Werkwijze voor het concentreren van een ureumoplossing tot een praktisch watervrije smelt zoals beschreven en toegelicht aan de hand van de tekening en de voorbeelden.
6. Practisch watervrije ureumsmelt bereid onder toepassing van de werkwijze van een of meer der voorgaande conclusies.
- 20

8304211



8304211